



SKRIPSI-SK141501

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS SENG(II) DENGAN
LIGAN SALOFEN ((*N,N'*-BIS(SALISILIDEN)-1,2-
FENILENDIAMIN))**

**ALDILA MEGA TRIANITA
NRP 1413 100 040**

**Dosen Pembimbing I
Dr. Fahimah Martak, M.Si.**

**Dosen Pembimbing II
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT-SK141501

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF
ZINC(II) COMPLEX WITH SALOPHEN ((*N,N'*-
BIS(SALICYLIDENE)-1,2-PHENYLENEDIAMINE))
LIGAND**

**ALDILA MEGA TRIANITA
NRP 1413 100 040**

**Supervisor I
Dr. Fahimah Martak, M.Si.**

**Supervisor II
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS SENG(II) DENGAN LIGAN SALOFEN ((N,N'- BIS(SALISILIDEN)-1,2-FENILENDIAMIN))

SKRIPSI

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Program Studi S-1
Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun Oleh:

ALDILA MEGA TRIANITA
NRP 1413 100 040

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN
SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS SENG(II) DENGAN
LIGAN SALOFEN ((N,N'-BIS(SALISILIDEN)-1,2-
FENILENDIAMIN))

SKRIPSI

Disusun oleh:

ALDILA MEGA TRIANITA
NRP 1413 100 040

Surabaya, 25 Juli 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



Dr. Fahimah Martak, M.Si.
NIP 19660703 199102 2 001

Dosen Pembimbing II



Prof. Mardi Santoso, Ph.D.
NIP 19650131 198910 1 001

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP 19710616 199703 1 002

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS SENG(II) DENGAN LIGAN SALOFEN ((*N,N'*-BIS(SALISILDEN)-1,2- FENILENDIAMIN))

Nama Mahasiswa : Aldila Mega Trianita
NRP : 1413 100 040
Departemen : Kimia ITS
Dosen Pembimbing I : Dr. Fahimah Martak, M.Si.
Dosen Pembimbing II : Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

ABSTRAK

Ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin telah berhasil disintesis. Struktur ligan hasil sintesis dibuktikan dengan hasil analisis ^1H NMR dan analisis gugus fungsi dengan FTIR. Ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin dikomplekskan dengan ion logam Zn(II), diperoleh kompleks yang berbentuk jarum berwarna kuning terang dengan rendemen sebesar 98%. Formula kompleks yang dihasilkan berdasarkan karakterisasi menggunakan ESI-MS, FTIR, AAS dan TGA adalah $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Uji toksisitas ligan dan kompleks hasil sintesis dengan metode Brine Shrimp Lethality Test menghasilkan nilai LC_{50} sebesar 163,33 $\mu\text{g/mL}$ dan 187,63 $\mu\text{g/mL}$.

Kata Kunci : Ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin, Zn(II), toksisitas, Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF
ZINC(II) COMPLEX WITH SALOPHEN (*N,N'*-
BIS(SALICYLIDENE)-1,2-PHENYLENEDIAMINE)
LIGAND**

Name : Aldila Mega Trianita
NRP : 1413 100 040
Department : Chemistry ITS
Advisor Lecturer I : Dr. Fahimah Martak, M.Si.
Advisor Lecturer II : Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

ABSTRACT

N,N'-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine ligand had been synthesized. Structure of ligand was confirmed on the basis of ¹H NMR and FTIR analysis. *N,N'*-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine ligand was complexed with Zn(II) metal ion. Solid light-yellow like a needle complex was obtained (98%). The composition of complex was established by means of ESI-MS, FTIR, AAS and TGA. The molecular formula of complex was [Zn(L)]· $\frac{1}{2}$ H₂O. The toxicity test of ligand and complex with Brine Shrimp Lethality Test method showed LC₅₀ value equal to 163,33 µg/mL and 187,63 µg/ml, respectively.

Keywords : *N,N'*-bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine ligand, Zn(II), toxicity, Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga Tugas Akhir yang berjudul **“Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Seng(II) dengan Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin)”** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada :

1. Dr. Fahimah Martak, M.Si dan Prof. Mardi Santoso, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penelitian dan penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku kepala departemen kimia atas fasilitas yang telah diberikan di departemen Kimia sehingga tugas akhir ini dapat diselesaikan dengan baik.
3. Dosen beserta karyawan Departemen Kimia FMIPA ITS yang telah membantu.
4. Bapak, Ibu dan kakak-kakakku yang memberikan motivasi dan doa yang tiada henti.
5. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 2013 serta teman-teman kimia umumnya yang telah memberikan semangat untuk mengerjakan tugas akhir ini.
6. Semua pihak yang telah membantu terselesaikannya naskah tugas akhir yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Tugas Akhir ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Tugas Akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 25 Juli 2017

Penulis

*Karya ini kupersembahkan untuk Ibu, Ayah,
kakak-kakakku
Dosen pembimbing dan penguji
Keluarga "LVAR BIASA" ANORTHITE
Dosen dan karyawan departemen kimia
serta seluruh teman-teman kimia yang selalu memotivasi*

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iiv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Senyawa Kompleks	7
2.2 Basa Schiff.....	7
2.3 Ligan Salofen.....	9
2.4 Kompleks Seng(II)-Salofen.....	10
2.5 Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	10
2.6 Karakterisasi	12
2.6.1 Spektrofotometri UV-Visible	12
2.6.2 ^1H dan ^{13}C Nuclear Magnetic Resonance.....	13
2.6.3 Spektrofotometri Fourier Transform-Infrared (FTIR)	15

2.6.4 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri Massa (ESI)	16
2.6.5 Spektroskopi Serapan Atom	17
2.6.6 Analisa Termogravimetri (TGA).....	18
2. 7 Uji Toksisitas (Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)	19
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN	21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Penelitian	21
3.2.1 Sintesis Ligan Salofen (<i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3).....	21
3.2.2 Sintesis Kompleks Logam Seng(II) dengan Ligan Salofen (<i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)	22
3.2.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks	22
3.2.3.1 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometri Inframerah (FTIR)	22
3.2.3.2 Analisis Spektrofotometer UV-Visible.....	23
3.2.3.3 Analisis Kadar Logam dengan Spektrofotometer Serapan Atom	23
3.2.3.4 Analisis Termogravimetri (TGA)	24
3.2.4 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT)	24
3.2.4.1 Penetasan Telur Udang <i>Artemia Salina</i>	24
3.2.4.2 Pembuatan Larutan Uji	24
3.2.4.3 Uji Toksisitas	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27

4.1 Sintesis Ligan Salofen (<i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)	27
4.2 Sintesis Kompleks Seng(II)	32
4.2.1 Analisis Spektrofotometri FTIR	33
4.2.2 Analisis Spektrofotometri UV-Visible	34
4.2.3 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	35
4.2.4 Analisis Thermogravimetric Analyzer (TGA)	36
4.3 Uji Toksisitas <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT)	37
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan	41
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	49
BIODATA PENULIS	78

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1 Reaksi Pembentukan turunan senyawa salofen dan kompleksnya	1
Gambar 2.1 Reaksi Pembentukan Basa <i>Schiff</i> (Xavier, 2014)	8
Gambar 2.2 Reaksi Pembentukan Ligan Salofen (<i>N,N'</i> -bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina) (3).....	9
Gambar 2.3 Pergeseran kimia ^1H NMR (Pavia, 2009).....	13
Gambar 2.4 Pergeseran kimia ^{13}C NMR (Rouessac, 2007).....	14
Gambar 2.5 Bilangan gelombang untuk beberapa gugus fungsi (Pavia, 2009).	15
Gambar 2.6 Tahapan Dekomposisi dari Kompleks.....	19
Gambar 4.1 Hasil pemantauan dengan KLT reaksi salisilaldehid (2) dengan <i>o</i> -fenilendiamina (1a)	27
Gambar 4.2 Hasil uji kemurnian hasil reaksi.....	28
Gambar 4.3 Spektra ^1H ligan <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	28
Gambar 4.4 Spektra FTIR <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	29
Gambar 4.5 Hasil reaksi <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	30
Gambar 4.6 Usulan mekanisme reaksi pembentukan ligan <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	31
Gambar 4.7 Foto produk kompleks Zn(II) dengan <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3) dengan perbesaran 400x	32
Gambar 4.8 Spektrum FTIR kompleks Zn(II) dengan ligan <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	33
Gambar 4.9 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimal $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan kompleks Zn(II)-salofen	34
Gambar 4.10 Kurva TGA kompleks Zn(II) dengan ligan <i>N,N'</i> -bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3).....	36

Gambar 4. 11 Dugaan reaksi senyawa kompleks $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$	
(7)	37

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1	Perbandingan data IR hasil reaksi dengan referensi (Gaballa (2013)30
Tabel 4. 2	Perbandingan kadar Zn hasil eksperimen dan teori 35
Tabel 4.3	Data hasil uji BSLT Ligan Salofen (<i>N,N'</i> - bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)38
Tabel 4.4	Data hasil uji BSLT Kompleks Zn (7).....39

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A : SKEMA KERJA.....	49
LAMPIRAN B : PERHITUNGAN.....	51
LAMPIRAN C : SPEKTRUM FTIR LIGAN.....	53
LAMPIRAN D : SPEKTRUM ^1H -NMR LIGAN	54
LAMPIRAN E : SPEKTRUM MS KOMPLEKS Zn(II)	55
LAMPIRAN F : ANALISA SSA	56
LAMPIRAN G : ANALISIS TGA KOMPLEKS Zn(II)	61
LAMPIRAN H : PERHTUNGAN LC_{50} BSLT	62

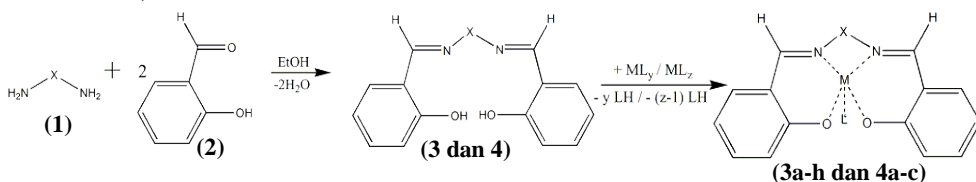
BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Basa *Schiff* merupakan senyawa yang mengandung kelompok atau gugus azometin ($\text{RHC}=\text{N}-\text{R}'$) hasil kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer (Worku, 2002). Basa *Schiff* telah diisolasi dengan menggunakan fenil dengan turunan aril dan perbandingan ligan secara stoikiometrinya 1:2 (Schiff, 1869). Dalam basa *Schiff* juga terdapat gugus azometin yang memiliki peranan penting untuk aktivitas biologis, seperti antibakteri, antijamur, antikanker dan anti peradangan (Gupta, 1998).

Kompleks basa *Schiff* merupakan kompleks stabil dengan beberapa logam yang memiliki bilangan oksidasi yang berbeda. Dan akhir-akhir ini, khelat logam dari beberapa basa *Schiff* tetradentat seperti bis(asetilaseton)etilendiamina dan bis(salisilaldehida)etilendiamina telah secara intensif dipelajari karena sifat yang tidak biasa dari senyawa yang dihasilkannya (Costa, 1996).

Salah satu contoh ligan *basa Schiff* adalah ligan salofen. Ligan salofen merupakan ligan tetradentat yang berasal dari kondensasi 1,2-fenilendiamina (**2**) ataupun turunannya (Cort, 2010).



Gambar 1. 1 Reaksi Pembentukan turunan senyawa salofen dan kompleksnya

Senyawa	X	M	y	z	L	L'
3	<i>o</i> -C ₆ H ₄	-	-	-	-	-
4	<i>rac-trans</i> -C ₆ H ₁₀	-	-	-	-	-
5	4,5-dimetil- <i>o</i> -C ₆ H ₄	-	-	-	-	-
6	4,5-dikloro- <i>o</i> -C ₆ H ₄	-	-	-	-	-
3a	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Fe	2	-	-	-
3b	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Fe	-	3	Cl	Cl
3c	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Mn	2	-	OAc	-
3d	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Mn	-	3	OAc	OAc
4a	<i>rac-trans</i> -C ₆ H ₁₀	Fe	2	-	OAc	-
4b	<i>rac-trans</i> -C ₆ H ₁₀	Fe	-	3	Cl	Cl
3e	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Co	2	-	OAc	-
3f	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Ni	2	-	OAc	-
3g	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Cu	2		OAc	-
3h	<i>o</i> -C ₆ H ₄	Zn	2	-	OAc	-
5a	4,5-dimetil- <i>o</i> -C ₆ H ₄	Zn	2	-	OAc	-
5b	4,5-dimetil- <i>o</i> -C ₆ H ₄	Al	-	3	Cl	Cl
6a	4,5-dikloro- <i>o</i> -C ₆ H ₄	Zn	2	-	OAc	-
6b	4,5-dikloro- <i>o</i> -C ₆ H ₄	Al	-	3	Cl	Cl

Annegret dkk, (2009), Zhen Xian Liu dkk, (1994) dan Abdel Aziz dkk, (2012) melaporkan penelitian tentang turunan senyawa salofen dan kompleksnya. Ligan salofen senyawa (**3**) sangat aktif terhadap aktivitas penghambatan pertumbuhan kanker pada pengujian *in-vivo* sel MCF-7, MDA-MB-231 dan HT-29. Sedangkan pada ligan salofen (**4**) hampir tidak aktif. Ini karena adanya efek antiproliferasi terhadap sel MDA-MB-231 dan HT-29. Senyawa kompleks (**3d**) menunjukkan aktivitas yang sama seperti ligan salofen (**3**). Senyawa kompleks (**3e-g**) menunjukkan keaktifan senyawanya pada konsentrasi yang rendah. Namun pada

senyawa kompleks (**3h**) menunjukkan kurang aktif terhadap aktivitas antitumor dibandingkan dengan senyawa kompleks (**3e-g**) (Annegret dkk, 2009). Pada penelitian Zhen Xian Liu dkk, (1994) tentang kompleks salofen (**3c**) teruji dapat menghambat pertumbuhan dari bakteri *Escherichia coli* (*E. coli*). Sedangkan pada penelitian Abdel Aziz dkk, (2012), ligan basa Schiff (**5** dan **6**) dan kompleksnya juga telah diuji efeknya dalam menghambat pertumbuhan beberapa bakteri dan jamur. Bakteri yang diujikan seperti *S. aureus*, *S. epidermidis*, *B. megaterium*, *E. coli*, *P. aeruginosa*, *K. pneumoniae* dan jamur yang diujikan seperti *A. niger*, *A. flavus*, *C. lunata*, *R. bataticola*, *C. albicans* dan *F. solani*. Hasil yang didapat bahwa aktivitas antibakteri dan antijamur pada ligan salofen (**6**) lebih baik daripada ligan salofen (**5**). Untuk hasil pengompleksannya, senyawa kompleks (**5a** dan **6a**) menunjukkan peningkatan aktivitas antibakterinya dan antijamur setelah dikomplekskan yang dibandingkan senyawa kompleks (**5b** dan **6b**) (Aziz, 2012).

Seng merupakan logam esensial yang dibutuhkan manusia dalam jumlah kecil yaitu kurang dari 100 mg/hari. Seng sangat berperan bagi metabolisme tubuh karena dapat menstimulasi aktivitas 100 macam enzim dan terlibat sebagai kofaktor pada 200 jenis enzim lainnya yang terlibat dalam sejumlah besar enzim yang mengkatalisis reaksi metabolik yang vital (Nasution, 2004).

Dari penelitian Annegret dkk, (2009), Zhen Xian Liu dkk, (1994) dan Abdel Aziz dkk, (2012), diketahui bahwa senyawa salofen ataupun turunan senyawa salen lainnya serta senyawa kompleks dengan menggunakan ion logam Zn(II) memiliki sifat toksik. Untuk mengetahui bioaktivitas suatu senyawa, salah satu yang bisa dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT).

Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) merupakan preskrining awal untuk menentukan apakah suatu senyawa mempunyai kandungan bioaktivitas. Uji toksisitas dengan metode BSLT ini merupakan uji toksisitas akut dimana efek toksik dari suatu senyawa ditentukan dalam waktu singkat, yakni dengan rentang 24 jam setelah pemberian dosis uji. Hasil dari uji BSLT berupa nilai LC_{50} yakni konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam (Meyer, 1982). Nilai LC_{50} dapat digunakan untuk menentukan tingkat efek toksik suatu senyawa sehingga dapat juga untuk memprediksi potensinya sebagai antikanker (Krishnaraju, 2005).

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka pada penelitian ini dilakukan sintesis ligan turunan salofen (*N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina) (**3**). Ligan yang dihasilkan direaksikan dengan ion logam Zn(II) untuk membentuk kompleks. Kompleks yang terbentuk dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, FTIR, spektroskopi serapan atom (SSA), ESI-MS dan *Thermogravimetric analyzer* (TGA). Selain itu, hasil sintesis ligan dan kompleks diuji toksisitasnya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap benur udang *Artemia salina*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, maka permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. Bagaimana mensintesis ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**).
2. Bagaimana mensintesis kompleks seng(II) yang disintesis dengan ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin.
3. Berapa nilai LC_{50} dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Untuk mensintesis ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**).
2. Untuk mensintesis dan mengetahui formula kompleks seng(II) dengan ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin.
3. Untuk mengetahui nilai LC_{50} dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test*.

1.4 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan khususnya pada bidang sintesis senyawa kompleks dan farmasi.

Halaman sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2. 1 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk melalui ikatan koordinasi, yakni ikatan kovalen koordinasi. Ikatan kovalen koordinasi terjadi antara ion/atom pusat dengan ligan (gugus pelindung) dan merupakan ikatan kovalen (terdapat pasangan elektron yang digunakan bersama) dimana pasangan elektron yang digunakan bersama berasal dari salah satu atom. Ikatan koordinasi bisa terdapat pada kation atau anion senyawa tersebut. Ion/atom pusatnya merupakan ion/atom bagian dari senyawa koordinasi yang berada di pusat (bagian tengah) bertindak sebagai asam Lewis, yakni penerima pasangan elektron. Ion/atom pusatnya berupa logam (terutama logam-logam transisi). Sedangkan ligan atau gugus pelindung merupakan atom/ion bagian dari senyawa koordinasi yang berada di bagian luar yang bertindak basa Lewis, yakni pemberi pasangan elektron (Chang, 2004; Shriver, 2006).

Senyawa kompleks telah berkembang pesat dan memiliki peranan penting dalam kehidupan manusia terutama karena aplikasinya dalam berbagai bidang, yakni bidang kesehatan, farmasi, industri dan lingkungan (Gates, 1992). Senyawa kompleks dalam bidang kesehatan dan farmasi dapat berupa obat – obatan seperti vitamin B12 yang merupakan senyawa kompleks antara kobalt dengan porfirin, hemoglobin yang berfungsi untuk mengangkut oksigen (Sukardjo, 1985).

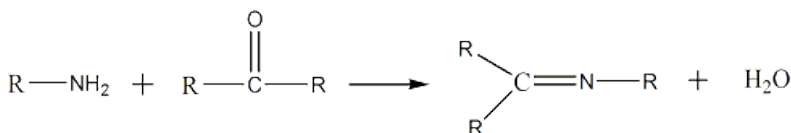
2. 2 Basa Schiff

Basa *Schiff* adalah senyawa yang mengandung kelompok atau gugus azometin ($RHC=N-R'$) hasil kondensasi senyawa karbonil dengan amina primer (Worku, 2002). Pembentukan Basa

Schiff umumnya terjadi dikatalisi asam atau basa ataupun dengan pemanasan dan produknya berbentuk padatan kristal yang pada dasarnya lemah tetapi beberapa diantaranya membentuk garam tak larut dalam asam kuat.

Senyawa kompleks dapat dibentuk dari basa *Schiff* dengan logam-logam seperti kobalt, nikel, dan tembaga yang sudah diketahui sebagai pembawa oksigen (Calvin, 1946).

Pada tahun 1869, Basa *Schiff* telah diisolasi dengan menggunakan fenil dengan turunan aril dan perbandingan ligan secara stoikiometrinya adalah 1:2 (Schiff, 1869). Kebanyakan basa *Schiff* memiliki atom donor NO atau N_2O_2 tetapi atom oksigennya dapat digantikan oleh atom lainnya, seperti sulfur, nitrogen maupun selenium (Garnovskii, 1993).

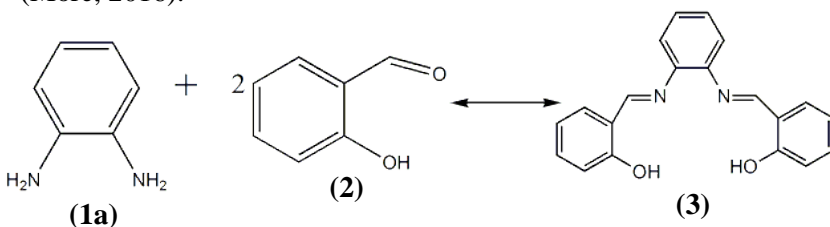


Gambar 2.1 Reaksi Pembentukan Basa *Schiff* (Xavier, 2014)

Pembentukan basa *Schiff* dari aldehid maupun keton merupakan reaksi yang reversibel. Reaksi ini secara umum terjadi dibawah katalis asam atau basa ataupun dengan pemanasan dan pembentukannya dilakukan sampai pemisahan produk atau penghilangan air ataupun keduanya. Banyak dari basa *Schiff* dapat dihidrolisis kembali kedalam bentuk aldehida atau keton dan amina dengan adanya asam dan basa *aquous* (Solankee, 2004; Thakor., 2006).

2.3 Ligan Salofen

Ligan salofen merupakan ligan paling populer dalam kimia koordinasi. Ligan salofen merupakan turunan dari ligan salen dan merupakan ligan tetradentat yang berasal dari kondensasi 1,2-fenilendiamina (**2**) ataupun turunannya (Cort, 2010). Sistem terpenting pada ligan salofen dengan adanya sistem pengkhelat tetradentat guna membentuk kompleks yang stabil dan pada ligan salofen memiliki interaksi molekular yang kuat pada $\pi \rightarrow \pi^*$ (More, 2016).



Gambar 2.2 Reaksi Pembentukan Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salilidena)-1,2-fenilendiamina) (**3**)

Annegret Hille dkk, (2009) dan Aziz dkk, (2012) melaporkan penelitian tentang turunan senyawa salofen. Ligan salofen senyawa (**3**) sangat aktif terhadap aktivitas penghambatan pertumbuhan tumor pada pengujian *in-vivo* sel MCF-7, MDA-MB-231 dan HT-29 yang dibandingkan dengan senyawa salofen (**4**) dan kompleksnya (**3a-h** dan **4a-b**) (Annegret dkk, 2009). Sedangkan pada penelitian Abdel Aziz dkk, (2012), ligan basa *Schiff* (**5** dan **6**) dapat menghambat pertumbuhan beberapa bakteri dan jamur. Bakteri yang diujikan seperti *S. aureus*, *S. epidermidis*, *B. megaterium*, *E. coli*, *P. aeruginosa*, *K. pneumoniae* dan jamur yang diujikan seperti *A. niger*, *A. flavus*, *C. lunata*, *R. bataticola*, *C. albicans* dan *F. solani* (Aziz, 2012).

2. 4 Kompleks Seng(II)-Salofen

Kompleks jenis salen mewakili dalam kimia koordinasi, yang dikenal sejak 1933. Ligan salen ini dianggap sebagai ligan istimewa karena telah banyak digunakan untuk mengkoordinasikan logam transisi dan logam kelompok utama pada awal sejarah senyawa kompleks. Kompleks ligan ini mengalami kompleksasi adanya atom logam dengan berbagai transformasi pada hasil dan selektivitas yang tinggi (Cort, 2010).

Struktur molekul seng(II)-salofen yang telah dilaporkan menunjukkan pelarut dapat dengan mudah diganti oleh kelompok donor. Hal ini dikarenakan bahwa pusat logam di kompleks Zn-salofen memiliki karakter asam Lewis yang tinggi, sehingga memungkinkan pengikatan yang kuat dari ligan donor Turunan Zn-salofen diketahui bersifat fluoresen dan kemosensor (Cort, 2007; Kleij, 2005; Germain, 2008).

Annegret Hille dkk, (2009)) dan Abdel Aziz dkk, (2012) melaporkan penelitian tentang turunan senyawa salofen dan kompleksnya, salah satunya adalah Seng-salofen. Pada seng-salofen (**3h**), aktivitas penghambatan pertumbuhan tumor pada pengujian *in-vivo* sel MCF-7, MDA-MB-231 dan HT-29 dikatakan kurang aktif. Sedangkan pada penelitian Abdel Aziz dkk, (2012), kompleks seng-salofen (**6a**) menunjukkan aktivitas antibakteri dan antijamur yang lebih baik dibandingkan dengan senyawa kompleks lainnya (**5a-b** dan **6b**). Bakteri yang diujikan seperti *S. aureus*, *S. epidermidis*, *B. megaterium*, *E. coli*, *P. aeruginosa*, *K. pneumoniae* dan jamur yang diujikan seperti *A. niger*, *A. flavus*, *C. lunata*, *R. bataticola*, *C. albicans* dan *F. Solani* (Aziz, 2012).

2. 5 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi merupakan suatu metode pemisahan berdasarkan perbedaan perpindahan dari komponen-

komponen senyawa diantara dua fase yaitu fase diam (dapat berupa zat cair atau zat padat) dan fase gerak (dapat berupa gas atau zat cair) (Sastrohamidjojo, 1985).

Cuplikan biasanya berupa campuran senyawa organik diteteskan di dekat salah satu sisi lempengan dalam bentuk larutan dengan jumlah kecil. Penetesan cuplikan dapat menggunakan pipa kapiler. Noda cuplikan dikeringkan dan kemudian sisi lempengan tersebut dicelupkan ke dalam fasa bergerak yang sesuai. Pelarut bergerak naik di sepanjang lapisan tipis zat padat di atas lempengan dan bersamaan dengan pergerakan pelarut tersebut, zat terlarut cuplikan dibawa dengan laju yang tergantung pada kelarutan zat terlarut tersebut dalam fasa bergerak dan interaksinya dengan zat padat. Setelah fasa gerak bergerak sampai tanda batas, lempengan dikeringkan dan noda-noda zat terlarutnya diperiksa dan diukur jarak pergerakannya (Day, 1999).

Pendeteksian bercak hasil pemisahan dapat dilakukan dengan beberapa cara. Untuk senyawa tak berwarna cara yang paling sederhana adalah dilakukan pengamatan dengan sinar ultraviolet. Beberapa senyawa organik bersinar atau berfluorosensi jika disinari dengan sinar ultraviolet gelombang pendek (254 nm) atau gelombang panjang (366 nm), jika dengan cara itu senyawa tidak dapat dideteksi maka harus dicoba disemprot dengan pereaksi yang membuat bercak tersebut tampak yaitu pertama tanpa pemanasan, kemudian bila perlu dengan pemanasan (Gritter, 1991; Stahl, 1985)

Mengidentifikasi noda-noda dalam kromatografi lapis tipis sangat lazim menggunakan nilai R_f (*Retardation Factor*) yang didefinisikan sebagai:

$$Rf = \frac{\text{Jarak titik pusat bercak dari titik awal}}{\text{Jarak garis depan pelarut dari titik awal}}$$

(Sastrohamidjojo, 1985)

2. 6 Karakterisasi

2.6.1 Spektrofotometri UV-Visible

Spektrofotometri ultraviolet-tampak memiliki prinsip penyerapan sinar tampak dan ultraviolet oleh suatu molekul yang menghasilkan transisi diantara tingkat energi elektronik molekul tersebut. Transisi tersebut pada umumnya antara orbital ikatan, orbital non-ikatan atau orbital anti-ikatan. Panjang gelombang serapan yang muncul merupakan ukuran perbedaan tingkat-tingkat energi dari orbital suatu molekul (Sudjadi, 1983).

Serapan radiasi UV-Vis sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Keuntungan dari serapan ultraviolet yaitu gugus-gugus karakteristik dapat dikenal dalam molekul-molekul yang sangat kompleks (Sastrohamidjojo, 1991). Molekul anorganik yang memiliki orbital d yang terisi sebagian akan mengalami absorpsi pada panjang gelombang UV-Vis. Hal tersebut diakibatkan oleh interaksi ligan dengan orbital d dari logam. Pada ion bebas orbital d berada pada tingkat energi yang sama. Interaksi logam-ligan menyebabkan terjadinya pembelahan orbital d (*splitting*) (Skoog, 2007).

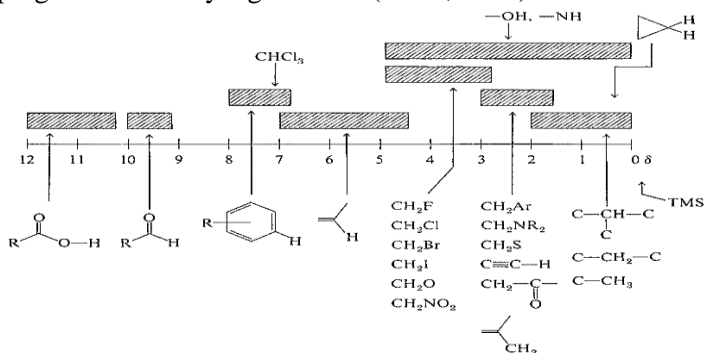
Hasil spektra UV-Vis dari ligan salofen telah dilaporkan oleh Akmal dkk, (2013). Hasil spektra yang didapatkan adalah adanya puncak di 269, 295 dan 330 nm. Spektra absorpsi pada 269 dan 295 nm merupakan hasil dari $\pi \rightarrow \pi^*$ transisi cincin aromatik, pada 330 nm merupakan hasil dari $n \rightarrow \pi^*$ transisi dari gugus azometin (Gaballa, 2013).

2.6.2 ^1H dan ^{13}C Nuclear Magnetic Resonance

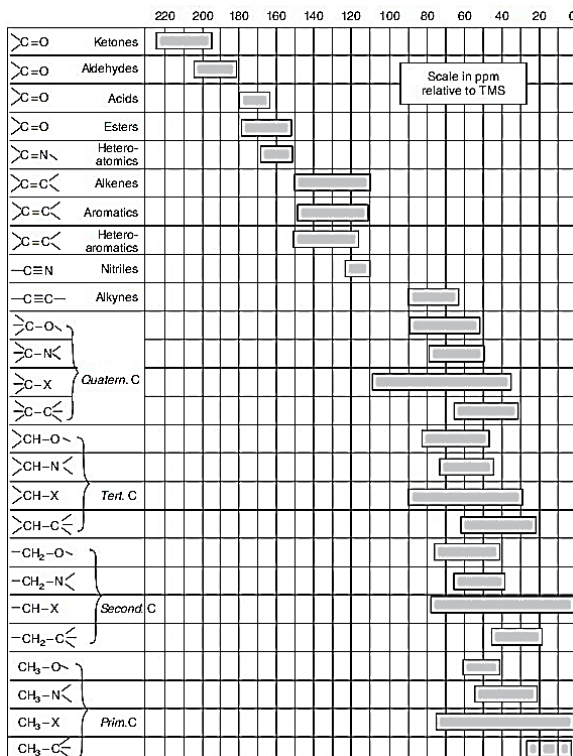
Spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) adalah instrumen yang digunakan dalam penentuan struktur senyawa organik. Spektroskopi ini dapat memberi informasi mengenai berbagai jenis atom hidrogen dan karbon dalam molekul seperti lingkungan kimia atom H dan C, jumlah atom H dan C dalam setiap lingkungan dan struktur gugus yang berdekatan dengan setiap atom H dan C (Yadav, 2005).

Spektroskopi ^1H -NMR mengukur momen magnet atom hidrogennya. Dapat diperoleh sinyal spektrum yang menunjukkan banyaknya proton di bagian-bagian molekul. Spektroskopi ^{13}C -NMR menunjukkan sejumlah karbon yang terdapat dalam molekul dengan semua pergeseran kimia (Hart, 1983).

Pergeseran kimia ^{13}C -NMR muncul pada rentang 0-200 ppm, Tabel 2.3, yang jauh lebih besar daripada ^1H NMR yang hanya 0-12 ppm. Karena rentang yang cukup besar, hampir setiap karbon dalam molekul organik muncul pada pergeseran kimia yang berbeda (Pavia, 2009).



Gambar 2.3 Pergeseran kimia ^1H NMR (Pavia, 2009)



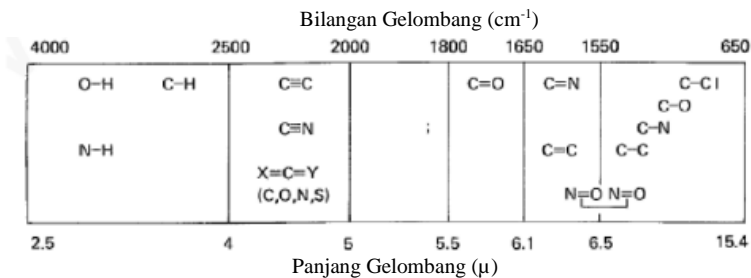
Gambar 2.4 Pergeseran kimia ^{13}C NMR (Rouessac, 2007)

Spektrum ^1H NMR untuk senyawa salofen ((N,N' -bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina)) dan kompleks seng salofen telah dilaporkan Abd-Elzaher dkk, (2000). Data ^1H NMR (300MHz, DMSO- d_6) untuk ligan salofen menunjukkan pergeseran kimia (δH) pada 13,1 (s, 2H, OH); 6,9-7,7 (m, 12H, aromatik) dan 8,5 (s, 2H, C(H)=N). Sedangkan untuk senyawa kompleks seng salofen, data ^1H NMR (300MHz, DMSO- d_6) menunjukkan pergeseran kimia (δH) pada 6,8-7,8 (m, 12H, aromatik) dan 8,3 (s, 2H, C(H)=N) (Abd-Elzaher, 2000).

2.6.3 Spektrofotometri Fourier Transform-Infrared (FTIR)

Spektroskopi inframerah merupakan metode analisis struktur molekul untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan jenis ikatan suatu molekul. Pada spektroskopi inframerah, senyawa organik akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik inframerah. Molekul-molekul senyawa akan menyerap sebagian atau seluruh radiasinya. Penyerapan ini berhubungan dengan adanya sejumlah vibrasi yang terkuantisasi dari atom-atom yang berikatan secara kovalen pada molekul-molekul ini. Penyerapan ini juga berhubungan dengan adanya perubahan momen dipol dari ikatan kovalen pada waktu terjadinya vibrasi (Supriyanto, 1999).

Spektrofotometri IR mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi pada suatu materi. Ketika radiasi inframerah berinteraksi dengan molekul, molekul menyerap energi untuk bervibrasi stretching maupun bending. Bilangan gelombang untuk beberapa gugus fungsi ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Pavia, 2009).



Gambar 2.5 Bilangan gelombang untuk beberapa gugus fungsi (Pavia, 2009).

Spektrofotometri infra merah sangat berguna untuk menetapkan jenis ikatan yang ada pada suatu molekul atau suatu senyawa. Spektrum akan terlihat jenis ikatan suatu

molekul (Hart, 1983). Puncak serapan khas untuk tiap ikatan dalam molekul seperti C-H pada 3300-3500 cm^{-1} , C=C pada 1680-1620 cm^{-1} , C=O pada 1630-1850 cm^{-1} , O-H pada 3.650-3.200 cm^{-1} , dan N-H pada 3.500-3.300 cm^{-1} (McMurry, 1989).

Karakterisasi FTIR dilakukan pada senyawa ligan dan senyawa kompleks. Ligan salofen telah berhasil sintesis, salah satunya oleh Akmal dkk, (2013). Hasil vibrasi IR yang didapat adalah ditemukan vibrasi kuat (*broad*) pada 3427 cm^{-1} yang merupakan pita serapan gugus O-H fenolik, vibrasi kuat dari C=N ditunjukkan pada pita serapan 1632 cm^{-1} serta vibrasi medium dari C=C ditunjukkan dengan pita serapan pada 1592 cm^{-1} (Gaballa, 2013). Sedangkan karakterisasi FTIR suatu kompleks lebih banyak vibrasi IR medium dengan bilangan gelombang 4.000-300 cm^{-1} , pada daerah *finger print* (1.400-300 cm^{-1}) akan terlihat spektra ikatan antar logam-ligan. Seperti yang dilaporkan Jeslin (2013) dan Abd-Elzaher (2000), vibrasi antara logam seng dan ligan salofen (M-N) ditunjukkan dengan pita serapan pada 505-584 cm^{-1} dan pita setapan Zn-O pada 410 cm^{-1} (Abd-Elzaher, 2000; Inba, 2013).

2.6.4 Identifikasi Struktur dengan Spektrometri Massa (ESI)

Mass spectrometry (MS) adalah alat analitik yang digunakan untuk mengukur massa molekul dari suatu sampel. MS merupakan teknik analitik yang mengidentifikasi komposisi kimia suatu bahan atau sampel didasarkan pada rasio mass-to-charge dari partikel termuati. Sampel akan mengalami fraksinasi dan membentuk partikel bermuatan (ion). Rasio muatan terhadap massa partikel dihitung ketika melewati magnetik dalam sebuah mass spektrometer (Okatch, 2003).

Sampel yang diidentifikasi harus dalam bentuk larutan (biasanya dalam pelarut yang volatil) yang dimasukkan ke sumber ion melalui kapiler stainless steel (Silverstein, 2005). Proses kerjanya adalah ESI menggunakan energi listrik untuk membantu transfer ion dari larutan sampel menjadi fase gas sebelum sampel tersebut dianalisis ke dalam spektrometri massa (Waters, 2015).

Hasil spektrum mass spectroscopy berupa perbandingan antara intensitas (%) terhadap massa (m/z). Intensitas (%) yang paling tinggi sebagai base peak dan mass (m/z) yang paling besar sebagai $[M+H]^+$ (Silverstein, 2005).

2.6.5 Spektroskopi Serapan Atom

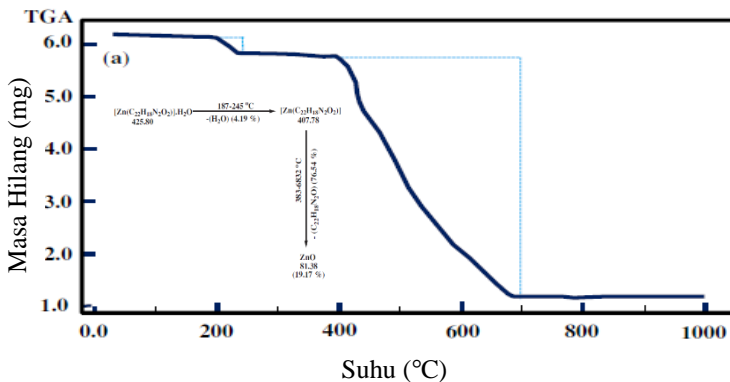
Spektroskopi Serapan Atom merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas dan menggunakan nyala api sebagai metode atomisasinya. Jika sumber radiasi memiliki frekuensi (panjang gelombang) yang sesuai, akan diserap oleh atom analit dan mengeksitasi. Atomisasi dengan nyala api akan melalui sebuah *nebulizer* angin yang akan mengubah larutan analit yang bercampur dengan bahan bakar dan oksida menjadi kabut atau aerosol yang kemudian disalurkan ke pembakaran. Pada pembakaran partikel analit akan menguap menjadi atom, ion sederhana atau molekul (Skoog D. A., 2013).

Prinsip dasar Spektroskopi Serapan Atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Metode ini merupakan metode yang tepat untuk analisa zat pada konsentrasi rendah (Gandjar, 2012).

2.6.6 Analisa Termogravimetri (TGA)

Thermo Gravimetry Analysis (TGA) merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk mengukur perubahan berat suatu material berdasarkan perubahan suhu (Skoog D. A., 2007). Mekanisme perubahan massa pada TGA ialah bahan akan mengalami kehilangan maupun kenaikan massa. Proses kehilangan massa terjadi karena adanya proses dekomposisi, evaporasi, reduksi dan desorpsi. Sedangkan kenaikan massa disebabkan oleh proses oksidasi yaitu interaksi bahan dengan suasana pengoksidasi dan absorpsi (Khopkar, 1990).

Analisa TGA dilakukan dengan memasukkan sampel dalam suatu timbangan yang disebut sebagai *sample pan*. *Pan* tersebut selanjutnya dimasukkan dalam *furnace* dan dipanaskan dengan kecepatan perubahan suhu tertentu. Ketika proses pemanasan terjadi, massa dari sampel diamati hingga suhu akhir yang telah ditetapkan. Agar suhu dilingkungan sampel tetap stabil, sampel dialiri suatu gas untuk mengontrol lingkungan sampel. Gas yang digunakan biasanya adalah gas inert yang selanjutnya keluar melalui saluran pembuangan yang disebut *exhaust* (Brown, 2004).



Gambar 2.6 Tahapan Dekomposisi dari Kompleks $[\text{ZnC}_{22}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2]\cdot\text{H}_2\text{O}$ (Aziz, 2012)

2.7 Uji Toksisitas (Brine Shrimp Lethality Test (BSLT))

Brine Shrimp Lethality Test adalah metode uji bioaktivitas yang digunakan sebagai skrining awal untuk senyawa-senyawa yang diduga memiliki aktivitas farmakologi seperti antikanker, antitumor dan sebagainya yang diujikan pada larva udang (*Artemia salina* Leach) (Juniarti, 2009). Metode *Brine Shrimp Lethality Test* memiliki keuntungan, yaitu waktu pelaksanaan cepat, relatif murah, sederhana, tidak memerlukan teknik aseptik, tidak memerlukan perawatan khusus, dan menggunakan cuplikan yang relatif sedikit (Bawa, 2009; Meyer, 1982).

Hasil dari uji BSLT berupa nilai LC_{50} dari ekstrak uji. LC_{50} (letal concentration) menunjukkan jumlah dosis atau konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam. Berdasarkan metode Meyer, senyawa dengan $\text{LC}_{50} < 1000 \mu\text{g/ml}$ dapat dianggap sebagai suatu senyawa aktif (Meyer, 1982).

Uji larva udang ini juga digunakan untuk praskrining terhadap senyawa-senyawa yang diduga berkhasiat sebagai

antitumor. Hasil uji toksisitas ini dapat diketahui dari jumlah kematian anak udang *Artemia salina* Leach (Anderson, 1991). Sifat toksis diketahui berdasarkan jumlah kematian larva.dihitung rata-rata dengan tiga kali pengulangan. Selanjutnya dihitung persentase kematian dan log konsentrasi. Hubungan nilai logaritma dari konsentrasi bahan uji dengan nilai probit dari persentase kematian larva merupakan fungsi linier dari $y = ax + b$. Nilai LC_{50} diperoleh dari hasil antilog nilai uji x . Nilai y pada persamaan merupakan probit mortalitas sebesar 50% ($y = 0,5$) (Hendri, 2010).

Pengujian dilakukan pada senyawa ligan dan kompleks hasil sintesis. Uji ini diawali dengan menetasakan telur *Artemia salina* dalam air laut selama 24 jam. Media penetasan telur dibuat dengan merangkai botol plastik yang telah diisi dengan air laut dan diberi aliran oksigen dengan aerator serta disinari lampu. Setelah 24 jam diperoleh larva yang sudah aktif bergerak. Larva yang dihasilkan langsung diujikan dalam larutan uji ligan dan kompleks.

BAB III

METODOLOGI PERCOBAAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu seperangkat alat refluks, peralatan gelas, pipet tetes, pipet ukur, plat KLT, kertas saring *whatman* 40, *hotplate*, *magnetic stirrer*, desikator dan neraca digital. Adapun peralatan instrumen yang digunakan untuk karakterisasi meliputi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) AA 600, Spektrofotometer UV/VIS Geneys 10S, Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) SHIMADZU 8400S, Spektrofotometer Massa QP2010. Peralatan yang lain seperti NMR Jeol 500, TGA STAR SW 10.00, spektrometer massa (ESI) *Thermo Scientific TSQ Vantage Triple State Quadrupole* dan peralatan Uji Brine Shrimp Lethality Test (BSLT).

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *o*-fenilendiamina (Merck), kloroform (Merck), $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Merck), metanol (Merck), salisilaldehid (Sigma Aldrich), etanol (Smart Lab), asam klorida (GT Baker), aquades, kertas saring Whatman 40 dan telur udang (*Artemia salina*) (Artemix, Jerman).

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)

Ligan (3) disintesis berdasarkan prosedur yang telah dilakukan oleh (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015) dengan beberapa modifikasi Pembuatan Ligan salofen disiapkan dengan mereaksikan *o*-fenilendiamina (0,2163 gram; 2 mmol) dan

salisilaldehid (0,43 mL ; 4 mmol) yang masing-masing dilarutkan dalam etanol. Campuran direfluks pada suhu 76-78°C selama 2 jam. Hasil yang didapatkan adalah endapan berwarna *orange* yang sebelumnya telah disaring dan dicuci dengan etanol.

3.2.2 Sintesis Kompleks Logam Seng(II) dengan Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)

Kompleks logam Zn(II) dengan ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina) (**3h**) disintesis berdasarkan prosedur yang telah dilakukan oleh Martha, 2012 dan J. Senthil Kumaran, 2013 dengan beberapa modifikasi. Disiapkan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,1097 gram; 0,5 mmol) dan ligan salofen (0,1582 gram ; 0,5 mmol) yang masing-masing dilarutkan dalam campuran klorofom dan metanol (1:1). Campuran direfluks pada suhu 55°C selama 18 jam. Larutan hasil refluks didiamkan pada suhu kamar selama 2 hari. Hasil yang didapatkan adalah endapan berwarna kuning yang sebelumnya telah dicuci dengan metanol.

3.2.3 Karakterisasi Senyawa Kompleks

3.2.3.1 Analisis Gugus Fungsi dengan Spektrofotometri Inframerah (FTIR)

Analisis spektroskopi inframerah dilakukan menggunakan alat spektrofotometri inframerah merek Shimadzu IR Prestige-21 di Laboratorium Kimia ITS. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa. Langkah awal yang dilakukan adalah pembuatan *pellet*. Sampel ditambah dengan senyawa KBr dengan perbandingan senyawa kompleks dan KBr yaitu 1:10. Kedua senyawa tersebut kemudian digerus secara bersamaan pada cawan hingga tercampur merata. Setelah itu, dimasukkan serbuk campuran dalam *press holder*, ditekan perlahan hingga terbentuk *pellet*. Selanjutnya *pellet*

tersebut diukur spektrumnya pada bilangan gelombang 375-4000 cm^{-1} .

3.2.3.2 Analisis Spektrofotometer UV-Visible

Analisis spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum larutan kompleks. Logam $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan larutan kompleks hasil sintesis dilarutkan dalam etanol. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm.

3.2.3.3 Analisis Kadar Logam dengan Spektroskopi Serapan Atom

Analisis ini dibagi menjadi dua tahap yaitu tahap persiapan larutan standar dan persiapan larutan sampel. Analisis dilaksanakan untuk mengetahui kadar logam Zn pada senyawa kompleks yang telah disintesis. Spektrum Zn diamati pada panjang gelombang 213,4 nm sebelum dan sesudah transmisi melalui monokromator konvensional. Analisis SSA menggunakan larutan standar $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan 5 titik, yakni 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm. Larutan standar ion logam tembaga dibuat dengan melarutkan 0,0336 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan ditambah 5 tetes HCl pekat dalam aquademin pada labu ukur 100 mL. Penambahan aquademin sampai tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 100 ppm. Selanjutnya dibuat larutan standar Zn dengan konsentrasi 10 ppm dengan cara mengambil 10 mL dari larutan standar 100 ppm. Larutan standar Zn dengan konsentrasi 1,2, 3, 4 dan 5 ppm dengan cara mengambil 1, 2, 3, 4 dan 5 mL dari larutan standar 10 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan aquademin.

Larutan cuplikan 200 ppm disiapkan dengan menimbang 0,002 gram cuplikan. Cuplikan selanjutnya ditambah dengan 5 tetes HCl pekat dan dilarutkan dalam aquademin hingga tanda batas labu

ukur 10 mL. Larutan cuplikan diencerkan hingga 10 kali pengenceran. Larutan siap untuk diuji SSA.

3.2.3.4 Analisis Termogravimetri (TGA)

Analisis termogravimetri (TGA) dilakukan dengan menyiapkan cuplikan sebanyak 5–10 mg yang diletakkan pada cawan alumina kemudian ditimbang massanya selama pemanasan. Analisis cuplikan dilakukan pada rentang suhu 20– 600 °C dibawah gas N₂ dengan laju pemanasan 10 °C/menit.

3.2.4 Uji Toksisitas Brine Shrimp Lethality (BSLT)

3.2.4.1 Penetasan Telur Udang *Artemia Salina*

Disiapkan wadah untuk penetasan telur udang *Artemia Salina*. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu dan di dalam wadah diisi dengan air laut. Dimasukkan telur udang ke dalam wadah dan lampu dinyalakan selama 24 jam untuk menetasakan telur. Larva udang yang hidup siap untuk diuji. Larva udang yang akan diuji diambil dengan pipet.

3.2.4.2 Pembuatan Larutan Uji

Dibuat larutan stok ligan dan kompleks dengan konsentrasi 5000 µg/mL masing-masing dalam 1 mL DMSO dan 9 mL aquademin. Dibuat pula larutan ligan dan kompleks dengan konsentrasi 500 µg/mL, 250 µg/mL, 125 µg/mL, 62,5 µg/mL dan 31,25 µg/mL dengan prinsip pengenceran dari larutan stok 5000 µg/mL.

3.2.4.3 Uji Toksisitas

Disiapkan larutan uji ligan dan kompleks dengan konsentrasi 500 µg/mL, 250 µg/mL, 125 µg/mL, 62,5 µg/mL dan 31,25 µg/mL masing-masing 1 mL dalam wadah uji. Dimasukkan 10 ekor larva udang ke dalam setiap konsentrasi larutan uji ligan dan kompleks. Setiap

konsentrasi larutan uji dilakukan tiga kali pengulangan. Disiapkan larutan blanko (tanpa penambahan larutan uji) sebagai kontrol.

Larutan dibiarkan selama 24 jam kemudian dihitung jumlah larva yang mati dan masih hidup dari tiap lubang. Selanjutnya diolah datanya dengan menggunakan aplikasi SPSS.

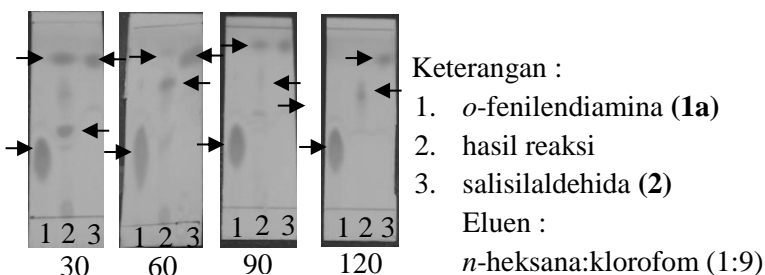
“Halaman sengaja dikosongkan”

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)

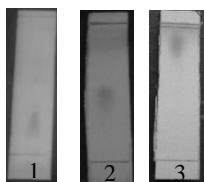
Sintesis ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur reaksi *o*-fenilendiamina (1a) dengan salisilaldehid (2) (Gaballa, 2013). Sintesis dilakukan dengan merefluks salisilaldehid (2) dan *o*-fenilendiamina (1a) dengan perbandingan mol 2:1 dalam pelarut etanol pada suhu 76-78°C selama 2 jam. Reaksi yang berlangsung dipantau dengan kromatografi lapis tipis menggunakan eluen *n*-heksana:kloroform (1:9), dan memberikan hasil sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.1. Hasil pemantauan pada menit ke-30 menunjukkan adanya noda hasil reaksi dan noda dengan R_f yang sama R_f noda salisilaldehida (2) dan *o*-fenilendiamina (1a). Noda yang sama seperti reaktan menandakan masih adanya salisilaldehida (2) dan *o*-fenilendiamina (1a) yang belum bereaksi. Pemantauan reaksi pada menit ke-60 dan menit ke-90 menunjukkan noda dengan R_f yang sama dengan R_f salisilaldehida (2) yang belum bereaksi. Reaksi kemudian dilanjutkan lagi sampai menit ke-120 untuk menyempurnakan hasil reaksi.



Gambar 4.1 Hasil pemantauan dengan KLT reaksi salisilaldehid (2) dengan *o*-fenilendiamina (1a)

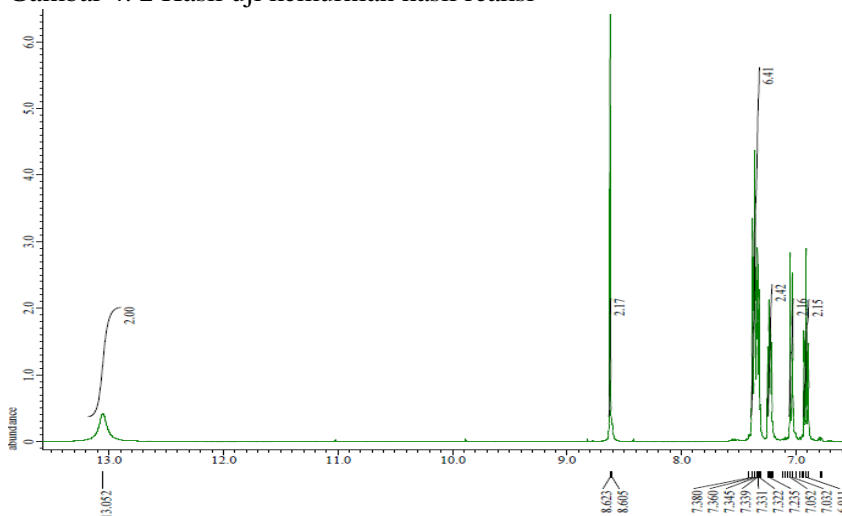
Hasil reaksi selanjutnya didinginkan hingga suhu 5°C selama 24 jam. Kristal yang terbentuk disaring, dicuci dengan etanol dingin, dikeringkan dalam desikator dan diperoleh kristal berwarna *orange*. Kristal yang terbentuk diuji kemurniannya dengan KLT. Uji kemurnian kristal dengan KLT menggunakan tiga eluen memberikan hasil yang menunjukkan noda tunggal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.2 mengindikasikan sebagai senyawa murni menunjukkan produk yang diperoleh telah murni.

Keterangan :



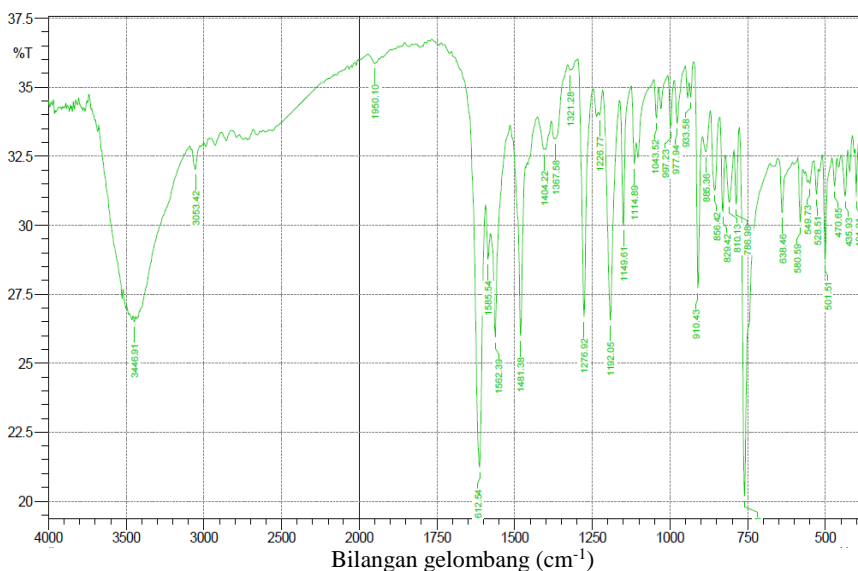
1. *n*-heksana:kloroform (5:3)
2. *n*-heksana:kloroform (5:7)
3. *n*-heksana:etil asetat (2:13)

Gambar 4. 2 Hasil uji kemurnian hasil reaksi



Gambar 4.3 Spektra ^1H ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**)

Identifikasi hasil sintesis dengan spektrometer NMR (dalam pelarut CDCl_3) memberikan spektra $^1\text{H-NMR}$ sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.3 yang sesuai dengan struktur ligan (3). Spektrum menunjukkan sinyal proton-proton multiplet untuk aromatik pada pereseran kimia (δ) 6,91-7,38 ppm, sinyal proton C(H)=N pada pergeseran kimia (δ) 8,60 dan 8,62 ppm serta sinyal proton-proton OH pada pergeseran kimia (δ) 13,05 ppm. Mokhles dkk (2000) melaporkan bahwa (dalam pelarut DMSO-d_6) $^1\text{H-NMR}$ untuk proton aromatik pada 6,9–7,7 ppm, sinyal proton C(H)=N pada daerah 8,5 ppm dan pada 13,1 ppm sinyal proton OH (Abd-Elzaher, 2000). Selanjutnya gugus fungsi yang dimiliki senyawa produk dianalisis menggunakan instrumen FT-IR. Identifikasi dengan spektrofotometer (IR) memberikan spektra sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.4 dengan jelas memperkuat adanya gugus karbonil dengan munculnya serapan bilangan gelombang 1715 cm^{-1} .



Gambar 4.4 Spektra FTIR *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3)

Spektrum FTIR ligan salofen (**3**) dengan jelas menunjukkan adanya vibrasi kuat C=N pada bilangan gelombang 1612,54 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa gugus N-H dari *o*-fenilendiamina (**1a**) telah bereaksi dengan gugus C=O dari salisilaldehida (**2**). Spektrum juga menunjukkan adanya gugus OH pada bilangan gelombang 3446,91 cm^{-1} . Bilangan gelombang 3053,42 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-H aromatik yang diperkuat dengan dua puncak pada bilangan gelombang 786,98 cm^{-1} yang menunjukkan C-H aromatik dari fenil. Sedangkan vibrasi C=C aromatik muncul pada bilangan gelombang 1585,54 cm^{-1} .

Tabel 4. 1 Perbandingan data IR hasil reaksi dengan referensi (Gaballa (2013))

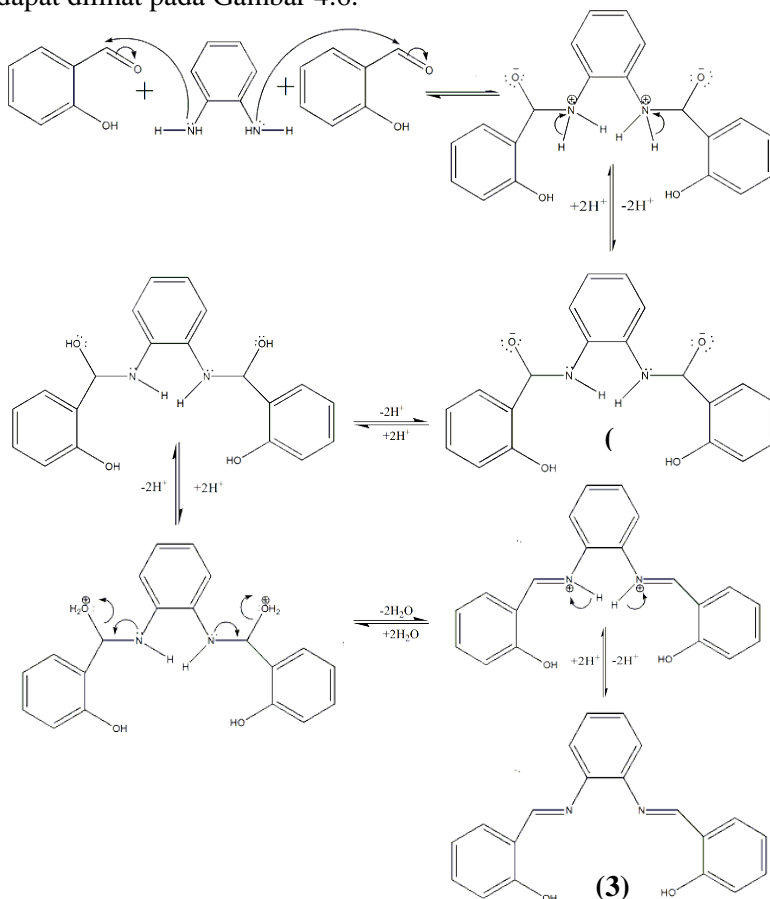
Gugus	Hasil Reaksi	Gaballa, 2013
C=N	1612,54 cm^{-1}	1632 cm^{-1}
C=C	1585,54 cm^{-1}	1592 cm^{-1}
O-H	3446,91 cm^{-1}	3427 cm^{-1}



Gambar 4.5 Hasil reaksi *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**)

Dari Gambar 4.5 bentuk hasil reaksi ligan *N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamin (**3**) adalah batang berwarna kuning dan diperoleh sebanyak 0,50 gram atau dengan rendemen 79,55% (Perhitungan selengkapnya terlampir pada Lampiran A). Mekanisme pembentukan ligan salofen (**3**) diawali dengan adisi

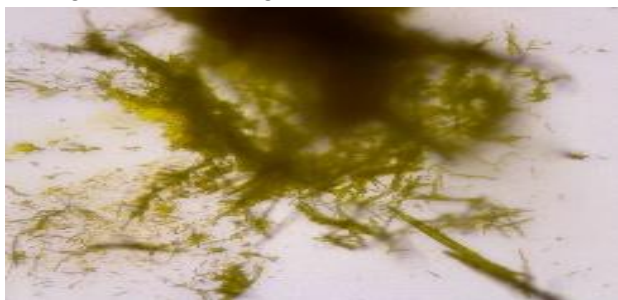
nukleofilik amna pada karbon karbonil dari salisilaldehida (**2**), yang diikuti dengan pertukaran proton sehingga diperolehnya intermediet (a). Protonasi gugus OH yang diikuti dengan dehidrasi dari intermediet (a) terjadi. Sehingga terjadi pembentukan *N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamin (**3**). Usulan mekanisme reaksi pembentukan ligan *N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamin (**3**) dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Usulan mekanisme reaksi pembentukan ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**)

4.2 Sintesis Kompleks Seng(II)

Sintesis kompleks Zn(II) dengan ligan *N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamin (**3**) menggunakan metode yang dilakukan Martha V, (2012) dan Jeslin Kanaga Inba, (2013) dengan beberapa penyesuaian. Larutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,1097 gram; 0,5 mmol) sebagai sumber ion logam pusat dan ligan salofen (**3**) (0,1582 gram ; 0,5 mmol) masing-masing dilarutkan dalam campuran klorofom dan metanol (1:1). Campuran direfluks pada suhu 55°C selama 18 jam. Larutan hasil refluks didiamkan pada suhu kamar selama 2 hari. Hasil yang didapatkan adalah endapan berwarna kuning dan dicuci dengan metanol.



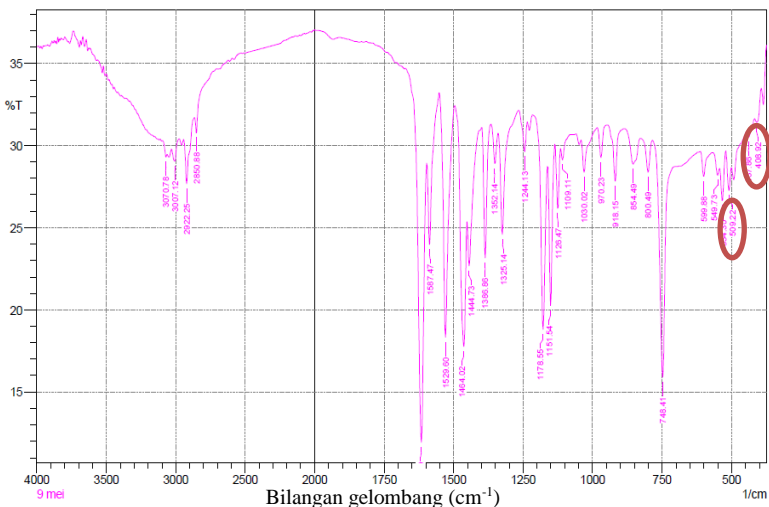
Gambar 4.7 Foto produk kompleks Zn(II) dengan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**) dengan perbesaran 400x

Dari Gambar 4.7 terlihat bahwa kompleks berbentuk jarum berwarna kuning terang. Spektrum massa hasil sintesis menunjukkan puncak ion $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$, $[\text{M}+\text{Na}]^+$ dan $[\text{M}+\text{K}]^+$ pada m/z 407,968 , 412,882 dan 428,836 dan massa ion $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$, $[\text{M}+\text{Na}]^+$ serta $[\text{M}+\text{K}]^+$ hasil perhitungan berturut-turut adalah 407,345 , 412,345 dan 428,345. Rendemen padatan kompleks yang diperoleh sebesar 98%, perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran B.

Padatan kompleks yang terbentuk dianalisis dengan uji ESI-MS dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometri FTIR, Spektroskopi Serapan Atom (SSA), spektrofotometri UV-Vis, *Thermogravimetric Analyzer* (TGA) dan diuji toksisitasnya dengan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*).

4.2.1 Analisis Spektrofotometri FTIR

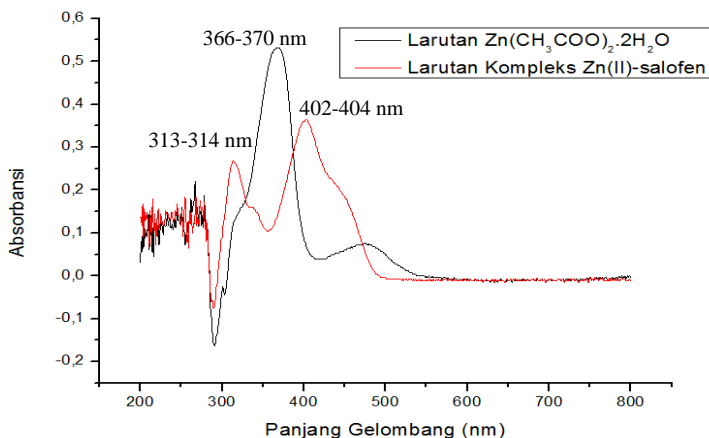
Hasil analisis gugus fungsi dengan FTIR ditampilkan pada Gambar 4.8 yang menunjukkan beberapa puncak pada hasil FTIR kompleks Zn(II)-salofen (**7**). Pita serapan baru pada $408,92\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan dari ikatan Zn-O. Pita serapan baru juga tampak pada bilangan gelombang $509,22\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan ikatan dari Zn-N. Hal tersebut seperti yang telah dilaporkan Abd-Elzaher (2000), pita serapan Zn-O pada 410 cm^{-1} dan pita serapan pada Zn-N pada 515 cm^{-1} (Abd-Elzaher, 2000)



Gambar 4.8 Spektrum FTIR kompleks Zn(II) dengan ligan *N,N'*-bis(salicylidene)-1,2-fenilendiamin (**3**)

4.2.2 Analisis Spektrofotometer UV-Visible

Karakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis berfungsi untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang maksimal (λ_{\max}) dari kompleks terhadap sumber ion logam. Panjang gelombang maksimum senyawa kompleks dengan sumber sumber logam berbeda. Hal tersebut membuktikan bahwa senyawa kompleks yang disintesis telah terbentuk (Alwathoni, 2011). Pada penelitian ini, senyawa kompleks memiliki panjang gelombang yang berbeda dengan sumber ion logam. Hal tersebut mengindikasikan bahwa senyawa yang terbentuk merupakan kompleks. Panjang gelombang maksimum sumber ion logam adalah diantara 366-370 nm sedangkan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks di daerah 313-314 dan 402-404 nm. Namun, tidak terdapat transisi yang terlihat dari daerah tampak untuk kompleks Zn(II) (Kumaran, 2013). Hal ini dikarenakan tidak adanya *splitting* d \rightarrow d untuk kompleks Zn(II). Spektrum UV-Vis yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Hasil pengukuran panjang gelombang maksimal $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan kompleks Zn(II)-salofen

4.2.3 Analisis Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Analisis kompleks dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berfungsi untuk mengetahui kadar ion logam Zn(II) yang terkandung dalam kompleks yang disintesis. Analisis AAS dimulai dengan membuat larutan standar Zn(II) dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm serta larutan sampel kompleks. Kurva kalibrasi dibuat dari larutan standar Zn(II) yang diukur absorbansinya dengan SSA. Larutan sampel kompleks tidak larut dalam aquades dan aquademin. Senyawa tersebut didesktruksi terlebih dahulu dalam larutan HNO_3 , selanjutnya ditambahkan dengan aquademin. Persamaan yang terbentuk digunakan untuk mencari kadar ion logam Zn(II). Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi linier $y = 0,09266x + 0,03348$. Dengan memasukkan absorbansi sampel sebesar 0,3522 diperoleh konsentrasi ion logam Zn dalam sampel sebesar 3,438 ppm atau 16,93%. Perbandingan persentase kadar logam Zn dalam sampel dengan beberapa kemungkinan rumus molekul kompleks secara teori disajikan dalam Tabel 4.2.

Tabel 4. 2 Perbandingan kadar Zn hasil eksperimen dan teori

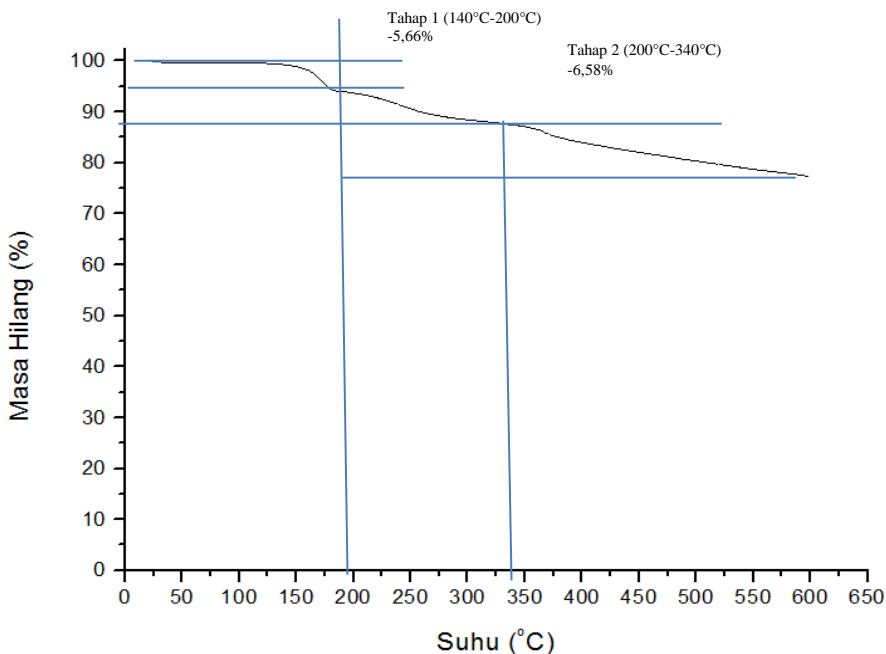
Rumus Molekul	%Zn
Sampel	16,93%
$[\text{Zn}(\text{L})]$	17,35%
$[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	16,95%
$[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \text{H}_2\text{O}$	16,57%
$[\text{Zn}(\text{L})] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	15,85%
$[\text{Zn}(\text{L})] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	14,58%

L = *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (3)

Dapat dilihat bahwa kadar ion logam Zn secara eksperimen mendekati kadar ion logam Zn dari struktur $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (7) yaitu 16,95%.

4.2.4 Analisis Thermogravimetric Analyzer (TGA)

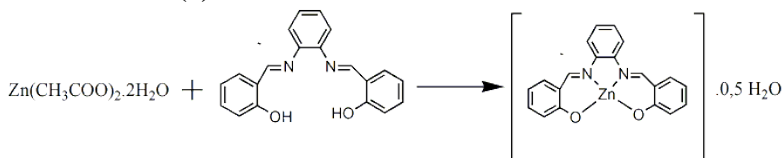
Analisis termogravimetri dilakukan untuk mengetahui perubahan massa sampel yang terdekomposisi sebagai fungsi suhu. Perubahan massa yang diperoleh dibandingkan dengan massa awal sampel untuk mengetahui perkiraan molekul yang terdekomposisi. Hasil analisis TGA dapat digunakan untuk memperkuat perkiraan formula kompleks yang disintesis. Dalam penelitian ini analisis TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan laju sebesar 10 °C/menit dengan adanya aliran N₂. Kurva TGA kompleks Zn(II) dengan ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**) disajikan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Kurva TGA kompleks Zn(II) dengan ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**)

Dari kurva TGA diketahui kompleks terdekomposisi dalam 3 tahapan. Tahap pertama dengan kehilangan massa sebesar 5,66% pada suhu 140-200°C, kompleks kehilangan molekul air kristal. Dekomposisi air kristal umumnya terjadi pada kisaran 100-200°C (Kuscahyani, 2012). Tahap kedua dengan kehilangan massa sebesar 6,58% pada suhu 200-340°C, koordinasi antara ligan dengan logam mulai terdekomposisi dengan penurunan yang sedikit demi sedikit. Dekomposisi ligan bisa terjadi mulai pada suhu 183-750°C (More, 2016). Dekomposisi ligan pada suhu 200°C terus berlanjut hingga suhu 600°C dengan penurunan massa dengan total 16,65% (340-600°C). Dekomposisi ligan dan kompleks juga terjadi pada suhu 380-683°C, namun belum seluruhnya habis dengan menyisakan logam oksida sebagai hasil akhirnya (Aziz, 2016; More, 2016). Di atas suhu 600°C kompleks terus menunjukkan penurunan massa. Menurut Aziz (2012), kompleks Zn(II) akan terdekomposisi hingga hanya tersisa ZnO pada suhu 683°C dan menurut Inba (2013), dekomposisi ligan bisa tersisa metal oksida sebagai residu (Aziz, 2013; Inba, 2013).

Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan AAS, ESI-MS, FTIR dan TGA, rumus molekul kompleks yang diperoleh adalah $[Zn(L)] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ (**7**) dengan L = *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**).



Gambar 4. 11 Dugaan reaksi senyawa kompleks $[Zn(L)] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ (**7**)

4.3 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji toksisitas senyawa kompleks yang terbentuk dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). *Brine Shrimp Lethality Test* adalah metode uji bioaktivitas yang digunakan sebagai skrining awal untuk senyawa-senyawa yang diduga memiliki aktivitas farmakologi seperti antikanker, antitumor dan

sebagainya yang diujikan pada larva udang (*Artemia salina* Leach) (Juniarti, 2009). Hasil dari uji BSLT berupa nilai LC_{50} dari ekstrak uji. LC_{50} (letal concentration) menunjukkan jumlah dosis atau konsentrasi ekstrak uji yang dapat menyebabkan kematian larva udang sejumlah 50% setelah masa inkubasi 24 jam. Senyawa dengan $LC_{50} < 200 \mu\text{g/ml}$ dapat dianggap sebagai suatu senyawa aktif (Anderson, 1991).

Telur *Artemia salina* ditetaskan pada wadah plastik berisi air laut yang dirangkai dengan lampu dan aerator kontinu selama 24-48 jam hingga diperoleh larva yang aktif bergerak. Disiapkan larutan ligan stok dengan konsentrasi $1000 \mu\text{g/mL}$ dan larutan kompleks stok dengan konsentrasi $5000 \mu\text{g/mL}$ yang kemudian diencerkan menjadi konsentrasi $500 \mu\text{g/mL}$, $250 \mu\text{g/mL}$, $125 \mu\text{g/mL}$, $62,5 \mu\text{g/mL}$ dan $31,25 \mu\text{g/mL}$ sebagai larutan uji. 1 mL air laut berisi 10-11 larva udang disiapkan dalam kuvet dan ditambahkan 50 μL larutan uji, masing-masing konsentrasi direplikasi sebanyak 3 kali (*triplo*). Larutan kontrol sebagai blanko menggunakan 10% DMSO dalam 10 mL air laut. Pengujian dilakukan selama 24 jam. Data hasil uji BSLT disajikan dalam Tabel 4.3 dan Tabel 4.4. dan data dianalisis dengan analisis probit menggunakan SPSS 16.0

Tabel 4.3 Data hasil uji BSLT Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)

Konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)	Rata-rata Larva Uji	Rata-rata Larva Mati
31,25	10,667	0,667
62,5	10,667	2,667
125	10,33	3,667
250	10,33	7,667
500	10,33	10,33

Tabel 4.4 Data hasil uji BSLT kompleks $[Zn(L)] \cdot \frac{1}{2}H_2O$ (7)

Konsentrasi ($\mu g/mL$)	Rata-rata Larva Uji	Rata-rata Larva Mati
31,25	10,00	0
62,5	10,67	1,33
125	10,33	2,33
250	10,33	7,67
500	10,67	10,67

Prosentase kematian larva *Artemia salina* yang diperoleh, dianalisis dengan probit SPSS untuk menghitung nilai LC_{50} . SPSS atau *Statistical Package for the Social Sciences* adalah sebuah program komputer yang digunakan untuk membuat analisis statistika. SPSS adalah salah satu program yang paling banyak digunakan untuk analisis statistika ilmu sosial. SPSS digunakan oleh peneliti pasar, peneliti kesehatan, perusahaan survei, pemerintah, peneliti pendidikan, organisasi pemasaran, dan sebagainya. Selain analisis statistika, manajemen data (seleksi kasus, penajaman file, pembuatan data turunan) dan dokumentasi data (kamus metadata ikut dimasukkan bersama data) juga merupakan fitur-fitur dari software dasar SPSS. Kelebihan SPSS untuk melakukan analisis data, memberikan banyak kelebihan dan kemudahan dibandingkan spreadsheet. SPSS mampu mengakses data dari berbagai macam format data yang tersedia seperti Base, Lotus, Access, text file, spreadsheet dan SPSS memberikan informasi lebih akurat dengan memperlakukan missing data secara tepat (Kementrian Pendidikan dan Kebudayaan, 2014). Kalala dkk, 2015 dan Tahereh dkk, 2016 juga menggunakan SPSS ini untuk menghitung nilai LC_{50} suatu senyawa. Penetapan nilai LC_{50} selengkapnya dilampirkan pada Lampiran H.

Setelah diolah dengan menggunakan SPPS, maka didapat nilai probit untuk $LC_{50} = 0,5$. Diperoleh nilai LC_{50} untuk Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (**3**) sebesar 163,33 $\mu\text{g/mL}$ dan nilai LC_{50} untuk kompleks $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**7**) sebesar 187,63 $\mu\text{g/mL}$.

Pada penelitian ini hasil uji BSLT terhadap ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**) memiliki sifat bioaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan kompleks $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**7**) dan keduanya masih tergolong dalam senyawa yang toksik dengan nilai $LC_{50} < 200 \mu\text{g/mL}$ (Anderson, 1991).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Ligan *N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin (**3**) telah berhasil disintesis. Struktur ligan hasil sintesis dibuktikan dengan $^1\text{H-NMR}$ dan FTIR. Rendemen yang diperoleh sebesar 79,55%. Ligan yang didapatkan direaksikan dengan ion logam Zn(II) untuk membentuk kompleks. Kompleks yang dihasilkan berbentuk jarum berwarna kuning terang. Formula kompleks yang dihasilkan berdasarkan karakterisasi menggunakan ESI-MS, AAS, FTIR dan TGA adalah $[\text{Zn}(\text{L})] \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ (**7**). Nilai LC_{50} dari ligan dan kompleks hasil sintesis dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* sebesar 163,33 $\mu\text{g/mL}$ dan 187,63 $\mu\text{g/mL}$. Meskipun nilai LC_{50} ligan lebih kecil dibandingkan kompleksnya, keduanya masih tergolong dalam senyawa yang toksik dengan nilai $\text{LC}_{50} < 200 \mu\text{g/mL}$ (Anderson, 1991).

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah pada saat pengujian TGA, suhu yang digunakan sampai 1000°C agar benar-benar mengetahui dimana kompleks dapat terdekomposisi seluruhnya. Selain itu, diupayakan mendapat metode pembentukan kristal tunggal dari kompleks tersebut agar dapat dikarakterisasi dengan CHN *analyzer* akan memberikan prediksi formula kompleks yang lebih tepat dan presisi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abd-Elzaher, M. M. (2000). Synthesis and Spectroscopic Characterization of Some Tetradentate Schiff Bases and Their Nickel, Copper and Zinc Complexes. *Synthesis and Reactivity in Inorganic and Metal-Organic Chemistry*, 30(9), 1805-1816.
- Anderson, J. E. (1991). *A Blind Comparison of Simple Bench-top Bioassay and Human Tumor Cell Cytotoxicities as Antitumor Prescreens*, *Natural Product Chemistry* (Vol. 2). Amsterdam: Elsevier.
- Annegret, H., Ott, I., Kitanovic, A., Kitanovic, I., Alborzinia, H., Lederer, S., Wölfl, S., Metzler-Nolte, N., Schäfer, S., Sheldrick, W.S., Bischof, C., Schatzschneider, U., Gust, R. (2009). [N,N'-Bis(salicylidene)-1,2-phenylenediamine]metal Complexes with Cell Death Promoting Properties. *Journal of Biological Inorganic Chemistry*, 14, 711-725.
- Aziz, Ayman A. Abdul., Badr, Ibrahim H.A., El-Sayed, Ibrahim S.A. (2012). Synthesis, Spectroscopic, Photoluminescence Properties and Biological Evaluation of Novel Zn(II) and Al(III) Complexes of NOON Tetradentate Schiff Bases. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 97, 388-396.
- Bawa, G. (2009). Isolasi dan Identifikasi Golongan Senyawa Toksik dari Daging Buah Pare (*Momodica charantia* L.). *Jurnal Kimia*, 3(2).
- Brown, M. E. (2004). *Introduction to Thermal Analysis : Techniques and Applications, Second Edition*. New York: Kluwer Academic Publishers.
- Chang, R. (2004). *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Cort, A. D. (2007). Zinc-salophen Complexes as Selective Receptors for Tertiary Amines. *New Journal Chemistry*, 31, 1633-1638.
- Cort, A. D. (2010). Metal-salophen-based Receptors for Anions. *Chemical Society Reviews*, 39, 3863-3874.

- Costa, G. M. (1969). *Inorganica Chimica Acta*, 3, 323.
- Day, R. U. (1999). *Analisis Kimia Kuantitatif, Edisi VI*. Jakarta: Erlangga.
- Escárcega-Bobadilla, Martha V., Salassa, G., Belmonte, M.M., C, Eduardo., Escudero-Adán, Kleij, Arjan W. (2012, Mei). Versatile Switching in Substrate Topicity: Supramolecular Chirality Induction in Di- and Trinuclear Host Complexes. *Chemistry A European Journal*, 18(22), 6805-6810.
- Gaballa, A. S. (2013). Synthesis, characterization and biological activity of salen-mixed ligand complexes with Nickel(II), Copper(II) and Cobalt(III). *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 5(10), 206-217.
- Gandjar, Rohman. (2012). *Kimia Farmasi Analis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Garnovskii, A. N. (1993). *Coordination Chemistry Reviews*, 126, 1-69.
- Gates, B. (1992). *Catalytic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons.
- Germain, M. E. (2008). Quenching Mechanism of Zn(Salicylaldimine) by Nitroaromatics. *Inorganic Chemistry*, 47(14), 6203-6211.
- Gritter, R. J. (1991). *Pengantar Kromatografi Edisi Kedua*. (K. Padmawinata, Penerj.) Bandung: ITB.
- Gupta, R. R. (1998). *Heterocyclic Chemistry, First Edition*. Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Hart, H. (1983). *Organic Chemistry A Short Course, Sixth edition*. Boston: Houghton Mifflin Company.
- Hendri, M. D. (2010). Konsentrasi Letal (LC50-48 jam) Logam Tembaga (Cu) dan Logam Kadmium (Cd) terhadap Tingkat Mortalitas Juwana Kuda Laut (*Hippocampus* spp). *Jurnal Penelitian Sains*, 13, 26-30.
- Inba, P. Jeslin Kanaga., Annaraj, B., Talamuthu, S., Neelakantan, M. A. (2013). Cu(II), Ni(II), and Zn(II) Complexes of Salan-Type Ligand Containing Ester Groups: Synthesis, Characterization, Electrochemical Properties, and In Vitro Biological Activities. *Bioinorganic Chemistry and Applications*, 2013, 1-11.

- Juniarti, D. O. (2009). Kandungan Kimia : Uji Toksisitas (Brine Shrimp Lethality Test) dan Antioksidan (1,1-diphenyl-2-pikilhydrazyl) dari Ekstrak Daun Saga (*Abrus precatorius* L.). *Makara Sains*, 13(1), 50-54.
- Kalala, W. M. (2015). Brine Shrimp Lethality and Acute Oral Toxicity of *Commiphora swynertonii* (Burrt) Exudate. *Pyrex Journal of Medicinal Plant Research*, 010-018.
- Kementrian Pendidikan dan Kebudayaan. (2014). *Modul Pembelajaran SPSS*. Jakarta: Pusat Data dan Statistik Pendidikan RI.
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Kleij, A. W. (2005). Zn(II)–Salphen Complexes as Versatile Building Blocks for the Construction of Supramolecular Box Assemblies. *A European Journal*, 11(16), 4743-4750.
- Krishnaraju, A. R.-S. (2005). Assesment of Bioactivity of Indian Medicinal Plant Using Brine Shrimp (*Aretmia salina*) Lethality Assay. *International Journal of Applied Science and Engine*, 3(2), 125-134.
- Kumaran, J. Senthil., Priya, S., Muthukumaran, J., Jayachandramani, N., Mahalakshmi, S. (2013). Synthesis, Characterization and Biological Studies of Cu(II), Co(II), Ni(II) and Zn(II) Complexes of Tetradentate Schiff Base Ligand. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 5(7), 56-69.
- Kuscahyani, A. (2012). *Kompleks Tembaga(II) Piridin-2,6-Dikarboksilat : Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antikanker terhadap Sel Kanker Kolon WiDr*, Tesis. Surabaya: ITS.
- McMurry, J. (1989). *Organic Chemistry, 2nd edition*. California: Brooks/Cole Publishing Co. Pasific Grove.
- Meyer, B. F. (1982). Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituent. *Planta Medica*, 45, 31-34.
- More, M. P. (2016). Synthesis, Structural Characterization, Luminescence and Optical Studies of Ni(II) and Zn(II)

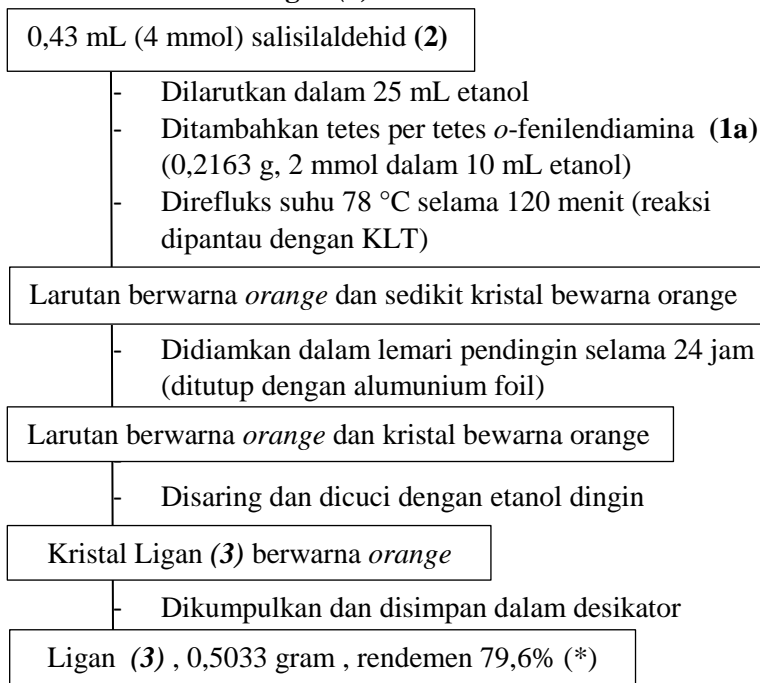
- Complexes Containing Salophen Ligand. *Journal of Molecular Structure*, 1128, 419-427.
- Muchtadi, D. (2009). *Gizi Anti Penuaan Dini*. Bandung: Alfabeta.
- Nasution. (2004). *Efek Suplementasi Zn dan Fe pada Pertumbuhan Anak*. USU digital library.
- Nworie, F. S. (2016). Bis(Salicylidene)Ethylenediamine(Salen) and Bis(Salicylidene)Ethylenediamine-Metal Complexes: from Structure to Biological Activity. *Journal of Analytical & Pharmaceutical Research*, 3(6), 76-85.
- Okatch, H. T. (2003, April). Characterisation of Legumes by Enzymatic Hydrolysis, Microdialysis Sampling and Micro-high-performance Anion-exchange Chromatography with Electrospray Ionisation Mass Spectrometry. *Journal of Chromatography*, 992(1), 67-74.
- Pavia, D. L. (2009). *Introduction to Spectroscopy, Third edition*. USA: Brooks/Cole Cengage Learning.
- Rouessac, F. R. (2007). *Chemical Analysis : Modern Instrumentation Methods and Techniques, 2nd Edition*. USA: John Wiley & Sons, Ltd.
- Sastrohamidjojo, H. (1985). *Kromatografi, Edisi Pertama*. Yogyakarta: Liberty.
- Sastrohamidjojo, H. (1991). *Spektroskopi, Edisi Kedua*. Yogyakarta: Liberty.
- Schiff, H. (1869). *Analytical Chemistry Pharmacy*, 150, 193-200.
- Shriver, D. F. (2006). *Inorganic Chemistry, Fourth Edition*. New York: W.H. Freeman.
- Silverstein, R. M. (2005). *Spectrometric Identification of Organic Compounds 7th Edition*. USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Skoog, D. A. (2007). *Principles of Instrumental Analysis*. Kanada: Thompson Brooks/Cole.
- Skoog, D. A. (2013). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. USA: Brooks/Cole.
- Solankee, A. P. (2004). Synthesis of chalcones, pyrazolines, amino pyrimidines and pyrimidinethiones as antibacterial agents. *Indian Journal Chemistry*, 43B, 1580-1584.
- Stahl, E. (1985). *Analisis Obat Secara Kromatografi dan Mikroskopi*. (K. S. Padmawinata, Penerj.) Bandung: ITB.

- Sudjadi. (1983). *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Jakarta: Ghalia Indonesia.
- Sukardjo. (1985). *Kimia Koordinasi, Edisi Pertama*. Jakarta: PT. Bina Aksara.
- Supriyanto, R. (1999). *Buku Ajar Kimia Analitik III*. Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Thakor., S. A. (2006). Synthesis of pyrazolines, isoxazolines and aminopyrimidines as biological potent agents. *Indian Journal Chemistry*, 45B(02), 517.
- Valadbeigi, T. (2016). Chemical Composition and Enzymes Inhibitory, Brine Shrimp Larvae Toxicity, Antimicrobial and Antioxidant Activities of *Caloplaca biatorina*. *Zahedan Journal of Research in Medical Sciences*.
- Waters. (2015). *Mass Data Terminology, Considerations, and Interpretation*. UK: Waters Corporation.
- Worku, D. N. (2002). *Bulletin of the Chemical Society of Ethiopia, African Journals Online*, 23(2), 29.
- Xavier, A., Srividhya, N. (2014). Synthesis and Study of Schiff base Ligands. *IOSR Journal of Applied Chemistry (IOSR-JAC)*, 7(11), 06-15.
- Yadav, L. D. (2005). *Organic Spectroscopy*. Netherlands: Springer Netherlands.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

A. Skema Sintesis Ligan (3)



Keterangan : (*) = diuji kemurnian dengan KLT tiga eluen serta titik leleh. Ligan (3) diidentifikasi dengan spektrofotometer inframerah dan spektrofotometer ¹H NMR.

B. Skema Sintesis Kompleks Zn(II) dengan Ligan (3)

0,1582 gram (0,5 mmol) Ligan (3)

- Dilarutkan dalam 5 mL metanol dan 5 mL klorofom
- Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 menit dengan suhu 55 °C
- Ditambahkan tetes per tetes $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (0,1097 g, 0,5 mmol dalam 5 mL metanol dan 5 mL klorofom)
- Direfluks suhu 55 °C selama 18 jam

Larutan Kompleks berwarna kuning dengan adanya endapan berwarna kuning

- Diuapkan pelarutnya pada suhu ruang selama 5 hari

Kristal Kompleks berwarna kuning

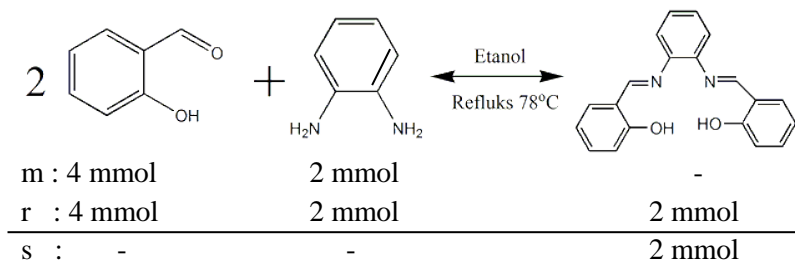
-
- Dicuci dengan Metanol
- Dikumpulkan dan disimpan dalam desikator

Kristal Kompleks berwarna kuning, rendemen 98% (*)

Keterangan : (*) = dilakukan identifikasi dengan ESI,-MS, spektrofotometer inframerah, UV-Vis, AAS, TGA dan uji toksisitas dengan metode BSLT

LAMPIRAN B

A. Rendemen Ligan (*I*)



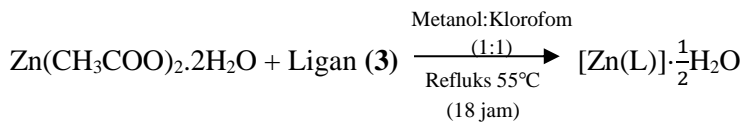
$$\begin{aligned}
 \text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol Ligan (I)} \times \text{Mr Ligan (I)} \\
 &= 0,002 \text{ mol} \times 316,353 \text{ g/mol} \\
 &= 0,6327 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,5033 \text{ g}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{0,5033 \text{ g}}{0,6327 \text{ g}} \times 100\% \\
 &= 79,55\%
 \end{aligned}$$

B. Rendemen Kompleks Zn(II) dengan Ligan (3)



m :	0,5 mmol	0,5 mmol	-
r :	0,5 mmol	0,5 mmol	0,5 mmol
s :	-	-	0,5 mmol

$$\begin{aligned}\text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol Kompleks} \times \text{Mr Kompleks Zn(II)} \\ &= 0,0005 \text{ mol} \times 389 \text{ g/mol} \\ &= 0,1945 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,1910 \text{ g}$$

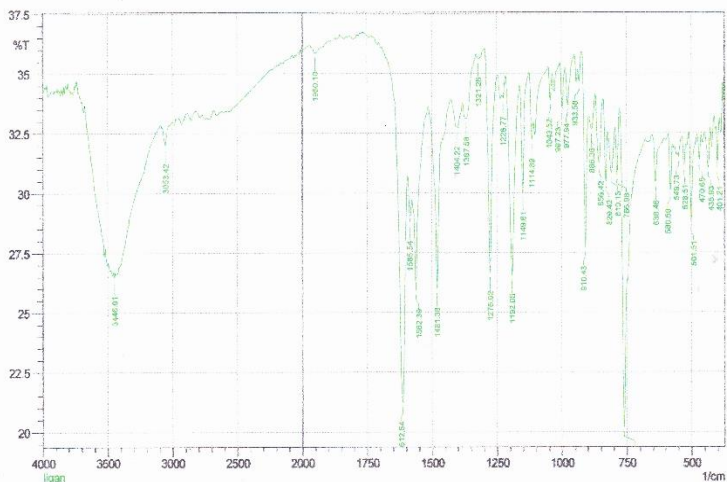
$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}&= \frac{0,1910 \text{ g}}{0,1945 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 98\%\end{aligned}$$

LAMPIRAN C

Spektrum FT-IR Ligan (3)

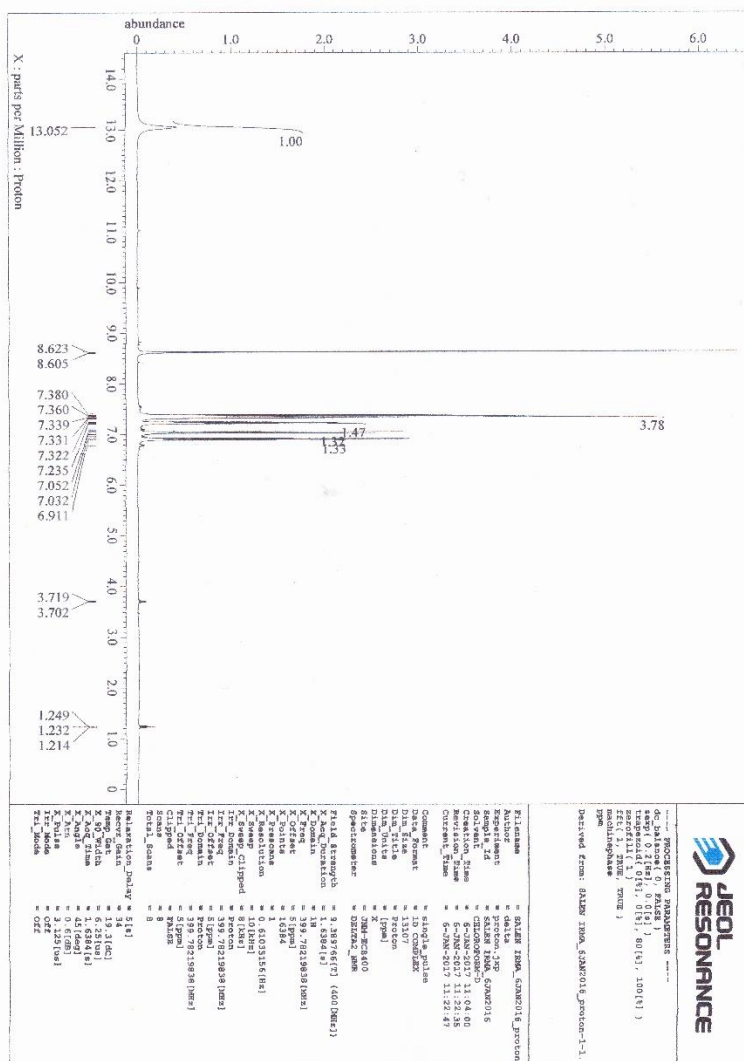
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	31.039	1.825	405.06	391.56	6.626	0.115
2	436.93	31.06	1.595	449.43	428.21	10.535	0.214
3	470.65	31.405	1.036	478.36	462.93	7.65	0.105
4	501.51	28.748	3.772	511.15	478.36	16.552	0.546
5	528.51	31.117	1.036	536.23	522.73	6.748	0.099
6	549.73	31.511	0.272	553.59	536.23	8.602	0.005
7	580.59	30.087	2.147	588.31	572.88	7.809	0.223
8	638.46	30.456	1.921	653.89	605.67	23.997	0.362
9	759.98	20.192	13.123	777.34	680.89	51.895	5.287
10	786.98	30.758	2.336	794.7	777.34	8.569	0.242
11	810.13	30.833	1.791	821.7	794.7	13.499	0.367
12	829.42	30.468	2.625	840.99	821.7	9.523	0.291
13	858.42	31.264	2.774	868.92	840.99	14.077	0.532
14	865.36	32.655	0.915	895	868.92	12.011	0.196
15	910.43	27.718	6.935	923.93	895	14.333	0.974
16	933.58	34.647	0.794	939.36	923.93	6.994	0.05
17	977.94	33.689	1.678	985.66	950.94	15.894	0.274
18	997.23	33.536	1.814	1006.88	985.66	9.781	0.197
19	1043.52	33.881	1.239	1053.17	1035.81	8.005	0.119
20	1114.89	32.225	1.538	1124.54	1109.11	7.374	0.145
21	1149.61	30.009	4.89	1163.11	1124.54	18.363	0.686
22	1192.05	26.558	8.164	1217.12	1163.11	27.281	2.46
23	1226.77	33.988	0.329	1230.63	1217.12	6.273	0.031
24	1276.92	26.678	8.917	1296.21	1247.99	23.783	2.084
25	1321.28	35.624	0.239	1329	1296.21	14.832	0.051
26	1367.58	33.137	0.134	1369.5	1329	18.688	-0.058
27	1404.22	32.751	0.106	1427.37	1402.3	11.971	0.008
28	1481.38	25.991	6.611	1514.17	1486.95	24.798	1.493
29	1562.39	25.927	4.718	1577.82	1514.17	32.754	0.904
30	1585.54	28.774	1.444	1593.25	1577.82	8.173	0.152
31	1612.54	21.214	10.505	1703.2	1593.25	55.462	3.108
32	1950.1	35.864	0.232	1971.32	1936.6	15.408	0.849
33	3053.42	32.022	0.782	3070.66	3026.41	24.521	0.248

Gambar 1. Spektrum FTIR Ligan (3)

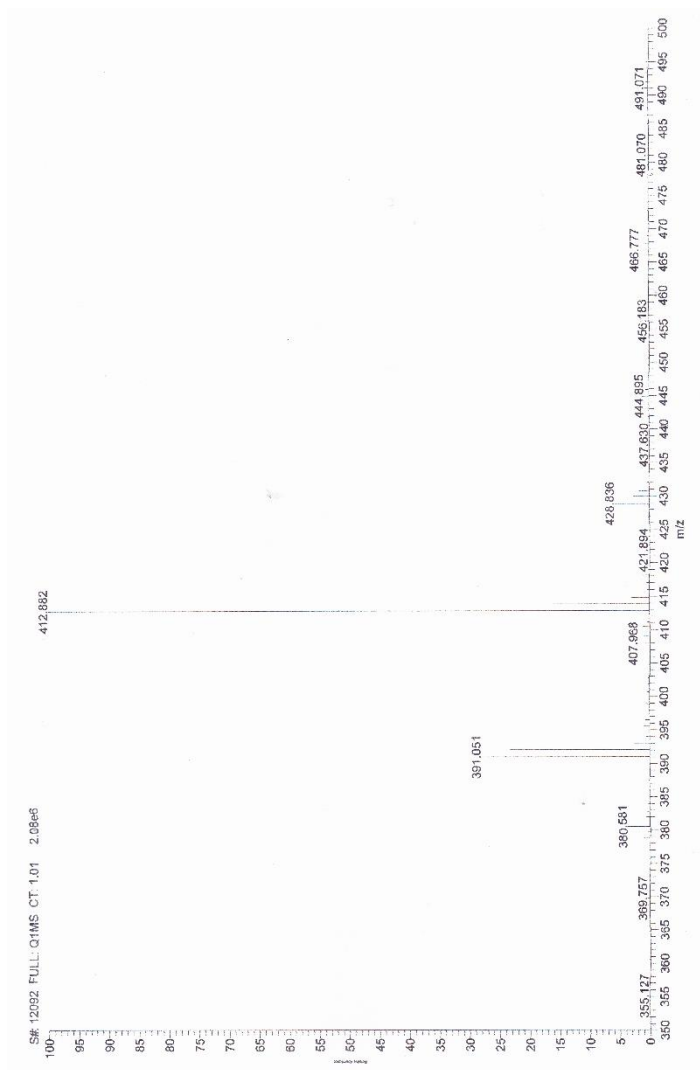
Spektrum ¹H-NMR Ligan (3)



Gambar 1. Spektrum ^1H -NMR Ligan (**3**)

LAMPIRAN E

Spektrum MS Kompleks Zn(II) (7)



Gambar 3. Spektrum MS Kompleks Zn(II) (7)

LAMPIRAN F

Analisis Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

- Perhitungan % Zn prediksi rumus molekul kompleks Zn(II)

1. $[\text{Zn(L)}]$

$$\text{Mr} = 380,34 \text{ gr/mol}$$

$$\% \text{Zn} = \frac{66}{380,34} \times 100\% = 17,35\%$$

2. $[\text{Zn(L)}].0,5\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Mr} = 389,345 \text{ gr/mol}$$

$$\% \text{Zn} = \frac{66}{389,345} \times 100\% = 16,95\%$$

3. $[\text{Zn(L)}].\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Mr} = 398,35 \text{ gr/mol}$$

$$\% \text{Zn} = \frac{66}{398,35} \times 100\% = 16,57\%$$

4. $[\text{Zn(L)}].2\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Mr} = 416,37 \text{ gr/mol}$$

$$\% \text{Zn} = \frac{66}{416,37} \times 100 = 15,85\%$$

5. $[\text{Zn(L)}].4\text{H}_2\text{O}$

$$\text{Mr} = 452,4 \text{ gr/mol}$$

$$\% \text{Zn} = \frac{66}{452,4} \times 100 = 14,58\%$$

- Perhitungan % Zn hasil AAS

Pembuatan larutan standar konsentrasi 100 ppm

A. Konsentrasi larutan standar konsentrasi 100 ppm

$$= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL}$$

$$= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL}$$

$$= 0,01 \text{ g}/100 \text{ mL}$$

B. Pembuatan larutan standar Zn

$$\text{Mr Zn(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 219,49 \text{ g/mol}$$

a. Larutan standar 100 ppm (mg/L)

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{Ar Zn}}{\text{Mr Zn(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} \times \text{massa}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{65,38 \text{ g/mol}}{219,49 \text{ g/mol}} \times \text{massa}$$

$$21949 \frac{\text{mg}}{\text{L}} = 65,38 \times \text{massa}$$

$$\begin{aligned} \text{massa} &= 335,714 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= 0,3357 \frac{\text{g}}{1000 \text{ mL}} \\ &= 0,0336 \frac{\text{g}}{100 \text{ mL}} \end{aligned}$$

b. Pengenceran larutan standar 100 ppm menjadi konsentrasi 10 ppm (10 mg/L)

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

c. Pengenceran larutan standar 10 mg/L menjadi konsentrasi 1 mg/L, 2 mg/L, 3 mg/L, 4 mg/L dan 5 mg/L

✓ 1 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

✓ 2 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 2 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$
$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

✓ 3 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 3 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$
$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

✓ 4 mg/L

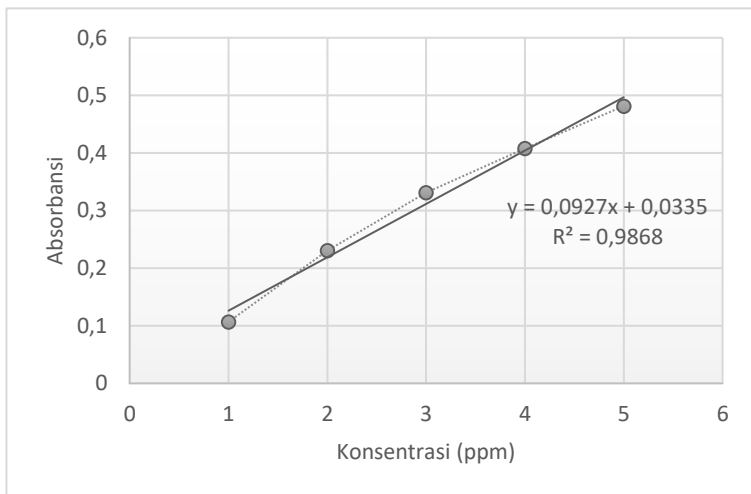
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 4 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$
$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

✓ 5 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$
$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Tabel 1 Data absobansi Zn dalam larutan standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1	0,1067
2	0,2305
3	0,3309
4	0,4079
5	0,4813



Gambar 2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Tabel 2 Data Absorbansi Zn(II) dalam Larutan Sampel (Kompleks Zn (II))

Cuplikan	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
Kompleks Zn(II)	3,438	0,3522

Persamaan regresi linier:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,0927x + 0,0335$$

Konsentrasi sampel

$$y = 0,092x + 0,0335$$

$$0,3522 = 0,092x + 0,0335$$

$$x = 3,438$$

$$\text{massa sampel terukur} = \frac{3,438 \times 389,345 \times 0,1}{66}$$

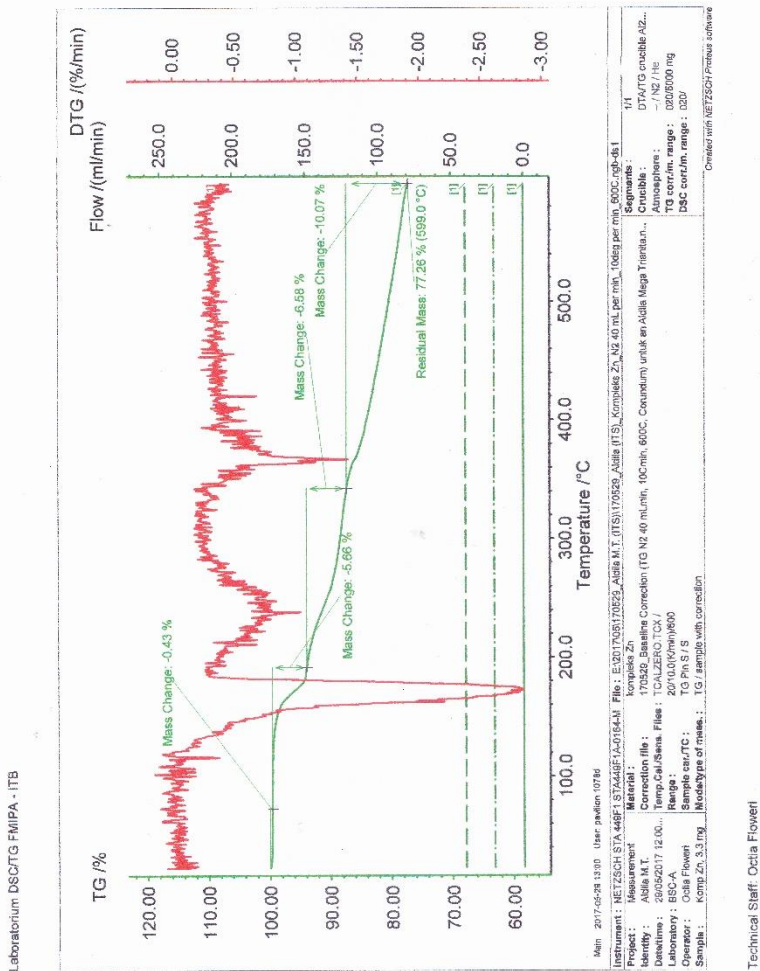
$$= 2,028 \text{ mg}$$

Kadar (%) Zn dalam sampel

$$\%Zn = \frac{3,438 \times 0,1}{2,028} \times 100 = 16,93\%$$

LAMPIRAN G

Analisis TGA Kompleks Zn(II) dengan Ligan (3)



Gambar 4. Hasil TGA Kompleks Zn(II) dengan Ligan (3)

LAMPIRAN H

Penetapan nilai LC_{50} dengan Aplikasi SPSS

Data uji BSLT disajikan pada Tabel 3 dan Tabel 4.

Tabel 3. Data hasil uji BSLT Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisiliden)-1,2-fenilendiamin) (3)

Konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)	Jumlah Larva Uji			Jumlah Larva Mati			Rata-rata Larva Uji	Rata-rata Larva Mati
31,25	11	11	10	0	0	2	10,667	0,667
62,5	11	10	11	6	1	1	10,667	2,667
125	10	11	10	2	5	4	10,33	3,667
250	10	10	11	8	8	7	10,33	7,667
500	10	10	11	10	10	11	10,33	10,33

Tabel 3. Data hasil uji BSLT Kompleks Zn (7)

Konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)	Jumlah Larva Uji			Jumlah Larva Mati			Rata-rata Larva Uji	Rata-rata Larva Mati
31,25	10	10	10	0	0	0	10,00	0
62,5	11	11	10	3	0	1	10,67	1,33
125	10	11	10	3	1	3	10,33	2,33
250	10	10	11	7	6	10	10,33	7,67
500	11	11	10	11	11	10	10,67	10,67

Berdasarkan data pada Tabel 3 dan Tabel 4 dimasukkan data pada aplikasi SPSS untuk mendapatkan nilai LC_{50} dari ligan dan kompleksnya.

Probit Analysis

```
GET
  FILE='C:\Users\Asus PC\Documents\Dropbox\TA\New folder\bsl
t\Ligan.sav'.
DATASET NAME DataSet1 WINDOW=FRONT.
PROBIT RERATAMATI OF RERATAWAL WITH KONSENTRASI
  /LOG 10
  /MODEL PROBIT
  /PRINT FREQ CI
  /NATRES

  /CRITERIA P(0.5) ITERATE(20) STEPLIMIT(.1).
```

Notes

Output Created	14-Jul-2017 12:14:45
Comments	
Input Data	C:\Users\Asus PC\Documents\Dropbox\TA\New folder\bslt\Ligan.sav
Active Dataset	DataSet1
Filter	<none>
Weight	<none>
Split File	<none>
N of Rows in Working Data File	5
Missing Definition of Missing Value Cases Used	User-defined missing values are treated as missing.
Handling	Statistics are based on all cases with valid data for all variables in the model.
Syntax	PROBIT RERATAMATI OF RERATAWAL WITH KONSENTRASI /LOG 10 /MODEL PROBIT /PRINT FREQ CI /NATRES /CRITERIA P(0.5) ITERATE(20) STEPLIMIT(.1).
Processor Time	00:00:00.485

Resources	Elapsed Time	00:00:00.715
-----------	--------------	--------------

Warnings

Relative Median Potency Estimates are not displayed because there is no grouping variable in the model.

Data Information

		N of Cases
Valid		5
Rejected	Missing	0
	LOG Transform Cannot be Done	0
	Number of Responses > Number of Subjects	0
Control Group		0

Convergence Information

	Number of Iterations	Optimal Solution Found
PROBIT	19	Yes

Parameter Estimates

Parameter	Estimate	Std. Error	Z	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
PROBIT ^a KONSENTRASI	3.800	2.726	1.394	.163	-1.543	9.144
Intercept	-8.411	6.614	-1.272	.204	-15.025	-1.796

a. PROBIT model: $\text{PROBIT}(p) = \text{Intercept} + \text{BX}$ (Covariates X are transformed using the base 10,000 logarithm.)

Covariances and Correlations of Parameter Estimates

		KONSENTRASI	Natural Response
PROBIT	KONSENTRASI	7.432	.865
	Natural Response	.406	.030

Covariances (below) and Correlations (above).

Natural Response Rate Estimate^a

	Estimate	Std. Error
PROBIT	.108	.172

a. Control group is not provided.

Chi-Square Tests

		Chi-Square	df ^a	Sig.
PROBIT	Pearson Goodness-of-Fit Test	1.437	2	.488 ^b

a. Statistics based on individual cases differ from statistics based on aggregated cases.

b. Since the significance level is less than ,500, a heterogeneity factor is used in the calculation of confidence limits.

Cell Counts and Residuals

Number	KONSENT RASI	Number of Subjects	Observed Responses	Expected Responses	Residual	Probability
PROBIT 1	1.495	11	1	1.186	-.519	.111
2	1.796	11	3	1.693	.974	.159
3	2.097	10	4	4.154	-.487	.402
4	2.398	10	8	8.109	-.442	.785
5	2.699	10	10	10.032	.298	.971

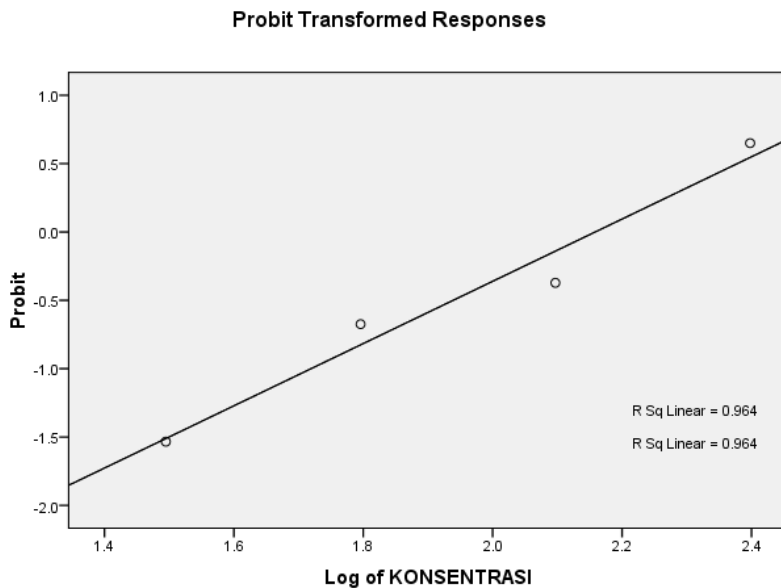
Confidence Limits

Probability	95% Confidence Limits for KONSENTRASI			95% Confidence Limits for log(KONSENTRASI) ^b		
	Estimate	Lower Bound	Upper Bound	Estimate	Lower Bound	Upper Bound
PROBIT ^a 0.01	39.897	.	.	1.601	.	.
0.02	47.062	.	.	1.673	.	.
0.03	52.261	.	.	1.718	.	.
0.04	56.548	.	.	1.752	.	.
0.05	60.292	.	.	1.780	.	.
0.06	63.674	.	.	1.804	.	.
0.07	66.796	.	.	1.825	.	.
0.08	69.720	.	.	1.843	.	.
0.09	72.490	.	.	1.860	.	.
0.1	75.138	.	.	1.876	.	.
0.15	87.168	.	.	1.940	.	.
0.2	98.088	.	.	1.992	.	.
0.25	108.541	.	.	2.036	.	.
0.3	118.874	.	.	2.075	.	.
0.35	129.326	.	.	2.112	.	.
0.4	140.091	.	.	2.146	.	.
0.45	151.359	.	.	2.180	.	.

0.5	163.333	.	.	2.213	.
0.55	176.254	.	.	2.246	.
0.6	190.431	.	.	2.280	.
0.65	206.283	.	.	2.314	.
0.7	224.420	.	.	2.351	.
0.75	245.784	.	.	2.391	.
0.8	271.977	.	.	2.435	.
0.85	306.050	.	.	2.486	.
0.9	355.051	.	.	2.550	.
0.91	368.018	.	.	2.566	.
0.92	382.642	.	.	2.583	.
0.93	399.394	.	.	2.601	.
0.94	418.971	.	.	2.622	.
0.95	442.473	.	.	2.646	.
0.96	471.775	.	.	2.674	.
0.97	510.470	.	.	2.708	.
0.98	566.866	.	.	2.753	.
0.99	668.666	.	.	2.825	.

a. A heterogeneity factor is used.

b. Logarithm base = 10.



Didapatkan nilai LC_{50} Ligan Salofen (*N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina) (**3**) sebesar 163,33 $\mu\text{g/mL}$

Probit Analysis

```
PROBIT RERATAMATI OF RERATAAWAL WITH KONSENTRASI
/LOG 10
/MODEL PROBIT
/PRINT FREQ CI
/NATRES

/CRITERIA P(0.5) ITERATE(20) STEPLIMIT(.1).
```

Notes

Output Created		14-Jul-2017 12:29:10
Comments		
Input	Data	C:\Users\Asus PC\Documents\Dropbox\TA\ New folder\bslt\KOM.sav
	Active Dataset	DataSet1
	Filter	<none>
	Weight	<none>
	Split File	<none>
	N of Rows in Working Data File	5
Missing Value	Definition of Missing	User-defined missing values are treated as missing.
Handling	Cases Used	Statistics are based on all cases with valid data for all variables in the model.

Syntax	PROBIT RERATAMATI OF RERATAAWAL WITH KONSENTRASI /LOG 10 /MODEL PROBIT /PRINT FREQ CI /NATRES /CRITERIA P(0.5) ITERATE(20) STEPLIMIT(.1).
Resource Processor Time	00:00:00.359
s Elapsed Time	00:00:00.298

Warnings

Relative Median Potency Estimates are not displayed because there is no grouping variable in the model.

Data Information

	N of Cases
Valid	5
Rejected Missing	0
LOG Transform Cannot be Done	0
Number of Responses > Number of Subjects	0
Control Group	0

Convergence Information

	Number of Iterations	Optimal Solution Found
PROBIT	20	No ^a

a. Parameter estimates did not converge.

Parameter Estimates

Parameter	Estimate	Std. Error	Z	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
PROBIT ^a KONSENTRASI	5.422	2.493	2.175	.030	.536	10.309
Intercept	-12.327	5.885	-2.095	.036	-18.212	-6.442

a. PROBIT model: $\text{PROBIT}(p) = \text{Intercept} + BX$ (Covariates X are transformed using the base 10,000 logarithm.)

Covariances and Correlations of Parameter Estimates

	KONSENTRASI	Natural Response
PROBIT KONSENTRASI	6.216	.517
Natural Response	.084	.004

Covariances (below) and Correlations (above).

Natural Response Rate Estimate^a

	Estimate	Std. Error
PROBIT	.065	.065

a. Control group is not provided.

hi-Square Tests

	Chi-Square	df ^a	Sig.
PROBIT Pearson Goodness-of-Fit Test	1.143	2	.565 ^b

Parameter Estimates

Parameter	Estimate	Std. Error	Z	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
PROBIT ^a KONSENTRASI	5.422	2.493	2.175	.030	.536	10.309
Intercept	-12.327	5.885	-2.095	.036	-18.212	-6.442

a. Statistics based on individual cases differ from statistics based on aggregated cases.

b. Since the significance level is greater than ,500, no heterogeneity factor is used in the calculation of confidence limits.

Cell Counts and Residuals

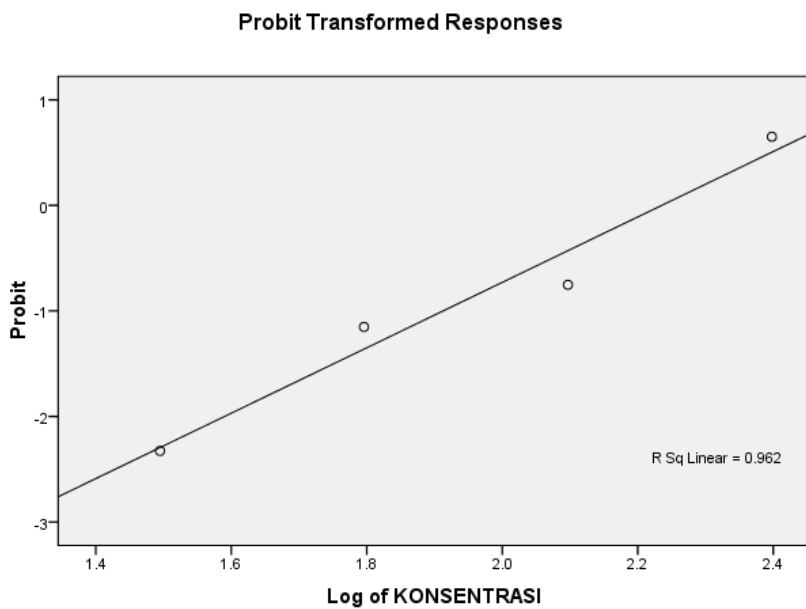
Num ber	KONSEN TRASI	Number of Subjects	Observed Responses	Expected Responses	Residual	Proba bility
PROBIT 1	1.495	10	0	.648	-.548	.065
2	1.796	11	1	.739	.591	.069
3	2.097	10	2	2.306	.027	.223
4	2.398	10	8	7.919	-.252	.767
5	2.699	11	11	10.562	.105	.990

Confidence Limits

	Proba bility	95% Confidence Limits for KONSENTRASI			95% Confidence Limits for log(KONSENTRASI) ^a		
		Estimate	Lower Bound	Upper Bound	Estimate	Lower Bound	Upper Bound
PROBIT	0.01	69.868	.001	127.353	1.844	-2.842	2.105
	0.02	78.443	.005	135.960	1.895	-2.335	2.133
	0.03	84.421	.010	141.797	1.926	-2.013	2.152
	0.04	89.216	.017	146.403	1.950	-1.772	2.166
	0.05	93.317	.027	150.300	1.970	-1.575	2.177
	0.06	96.956	.039	153.730	1.987	-1.408	2.187
	0.07	100.263	.055	156.832	2.001	-1.262	2.195
	0.08	103.319	.074	159.688	2.014	-1.131	2.203
	0.09	106.180	.097	162.356	2.026	-1.012	2.210
	0.1	108.883	.125	164.873	2.037	-.902	2.217
	0.15	120.828	.355	176.033	2.082	-.449	2.246
	0.2	131.248	.811	185.956	2.118	-.091	2.269
	0.25	140.902	1.643	195.491	2.149	.216	2.291
	0.3	150.174	3.086	205.175	2.177	.489	2.312
	0.35	159.311	5.511	215.504	2.202	.741	2.333
	0.4	168.493	9.497	227.094	2.227	.978	2.356
	0.45	177.882	15.947	240.891	2.250	1.203	2.382

0.5	187.631	26.221	258.575	2.273	1.419	2.413
0.55	197.915	42.205	283.537	2.296	1.625	2.453
0.6	208.943	65.911	323.389	2.320	1.819	2.510
0.65	220.987	97.642	396.441		1.990	2.598
0.7	234.431	133.030	545.698	2.370	2.124	2.737
0.75	249.859	165.233	865.980	2.398	2.218	2.938
0.8	268.236	191.971	1586.845	2.429	2.283	3.201
0.85	291.370	215.376	3412.645	2.464	2.333	3.533
0.9	323.332	239.034	9313.706	2.510	2.378	3.969
0.91	331.564	244.241	11912.753	2.521	2.388	4.076
0.92	340.744	249.759	15580.987	2.532	2.398	4.193
0.93	351.132	255.700	20952.961	2.545	2.408	4.321
0.94	363.108	262.217	29201.086	2.560	2.419	4.465
0.95	377.267	269.545	42687.647	2.577	2.431	4.630
0.96	394.609	278.069	66770.448	2.596	2.444	4.825
0.97	417.024	288.500	115893.80	2.620	2.460	5.064
0.98	448.805	302.405	241667.35	2.652	2.481	5.383
0.99	503.883	324.696	771940.74	2.702	2.511	5.888

a. Logarithm base = 10.



Didapatkan nilai LC_{50} Zn(II)-salofen (*N,N'*-bis(salisilidena)-1,2-fenilendiamina) (**7**) sebesar 187,63 $\mu\text{g/mL}$.

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Aldila Mega Trianita, dilahirkan di Lamongan, 22 Januari 1995, merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh MI. Maarif NU Sunan Drajad (2001-2007), SMPN 1 Lamongan (2007-2010) dan SMA Negeri 2 Lamongan (2010-2013). Penulis diterima di Departemen Kimia-ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN undangan dan terdaftar dengan NRP 1413 100 040. Selama kuliah, penulis aktif di Himpunan Mahasiswa Kimia ITS sebagai staf Departemen Perekonomian (2014-2015) dan Bendahara Umum HIMKA (2015-2016). Selain itu, Penulis merupakan Peserta aktif LKMM PraTD (2013), LKMM TD (2014) dan LKMM TM (2015) di ITS. Di Departemen Kimia ITS, Penulis mengambil bidang Kimia Bahan Alam dan Sintesis dalam menyelesaikan Tugas Akhir jenjang S1 dibawah bimbingan Dr. Fahimah Martak, M.Si. dan Prof. Mardi Santoso, Ph.D. Segala kritik dan saran bagi Penulis dapat dihubungi melalui email megaaldila@yahoo.co.id

“Halaman ini sengaja dikosongkan”